

THÈSE

ÉTUDE DE LA TRANSFORMATION BAINITIQUE, A 420° C, D'ALLIAGES FER-CARBONE-SILICIUM.

présentée devant l'Université de Nancy I
pour obtenir le grade de Docteur ès-Sciences Physiques
par

Jean-Marie SCHISLER

Licencié ès-Sciences Physiques

Maître-Assistant (Université de Nancy I)

Soutenue le 15 Janvier 1972, devant la Commission d'Examen

JURY :

M. le Professeur R. FAIVRE.....	Président
M. le Doyen J. AUBRY}	Examineurs
M. le Professeur J. BOLFA}	
MM. G. POMEY.....}	Invités
P. DETREZ}	

1972



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41547413_0017

THÈSE

ÉTUDE DE LA TRANSFORMATION BAINITIQUE, A 420° C, D'ALLIAGES FER-CARBONE-SILICIUM.

présentée devant l'Université de Nancy I
pour obtenir le grade de Docteur ès-Sciences Physiques
par

Jean-Marie SCHISSLER

Licencié ès-Sciences Physiques
Maître-Assistant (Université de Nancy I)

Soutenue le 15 Janvier 1972, devant la Commission d'Examen

JURY :

M. le Professeur R. FAIVRE.....	Président
M. le Doyen J. AUBRY}	Examineurs
M. le Professeur J. BOLFA}	
MM. G. POMEY}	Invités
P. DETREZ ...}	

1972



A MON MAITRE, Monsieur le Professeur René FAIVRE

Hommage respectueux et profondément reconnaissant.

A LA MEMOIRE DE MONSIEUR JACQUES POMEY

Membre de l'Institut

A MA FEMME

A MON FILS . /

A MES PARENTS

A MES BEAUX PARENTS

AVANT - PROPOS

Notre travail a été effectué au Laboratoire de Métallurgie associé au C.N.R.S. sous le numéro 159, à l'Ecole Nationale Supérieure de la Métallurgie et de l'Industrie des Mines de Nancy.

Que notre Maître, Monsieur le Professeur René FAIVRE, Directeur du Laboratoire de Métallurgie, veuille bien accepter le témoignage profond de notre sincère gratitude pour la direction qu'il a bien voulu donner à notre travail, pour la bienveillante attention qu'il n'a cessé de nous accorder et pour l'aide inappréciable qu'il nous a apportée lors de sa mise au point ; non seulement, il nous a guidé par ses conseils éclairés mais il nous a appris, à travers sa personne, beaucoup de qualités humaines. Nous sommes particulièrement sensible à l'honneur qu'il nous a fait en acceptant de prendre la présidence de notre soutenance de Thèse.

Nous tenons à remercier tout spécialement Monsieur Jacques POMEY, Membre de l'Institut, auquel nous devons une très grande reconnaissance. La diversité et l'autorité de ses nombreux travaux sur les transformations survenant durant la mise en oeuvre et les traitements thermiques d'aciers nous ont permis de poursuivre l'étude de la transformation bainitique dont il a été le premier à examiner le problème sous un aspect nouveau. Il a bien voulu présenter à l'Académie des Sciences, des Notes qui exposaient les points les plus importants de notre travail. Profondément touché par sa disparition prématurée nous tenons à ce que ce travail honore sa mémoire.

Nous prions Monsieur le Doyen Jacques AUBRY d'agréer l'expression de notre respectueuse gratitude. C'est avec beaucoup d'amabilité qu'il a accepté d'examiner notre travail et de faire partie de notre commission d'examen.

Nous sommes également infiniment reconnaissant à Monsieur le Professeur Joseph BOLFA, Directeur de l'U.E.R. Sciences de la Matière, et le remercions de sa participation à notre Jury.

Nous sommes sensible à l'honneur que Monsieur Gilles POMEY, Chef du groupe Métallurgie Physique à l'I.R.S.I.D. nous a fait en acceptant de se joindre à notre Jury de Thèse.

Nous n'aurons garde d'oublier dans nos remerciements Monsieur Philippe DETREZ, Chef de la Division des Aciers au C.T.I.F., Président de la Commission Internationale des Aciers Moulés, pour sa participation à la constitution de notre Jury.

Nous remercions Monsieur A. PIANELLI, Maître de Recherche, pour son amabilité et son aide.

Nos remerciements vont également à tous nos camarades chercheurs et techniciens du Laboratoire et en particulier à notre collaborateur et ami, Monsieur Gérard METAUER et à Monsieur B. VIGNERON.

Nous n'oublions ni la participation de Mesdames VIRIOT et KAYSER, de Messieurs Bernard COLLERET, Jean-Claude VIGNERON ni l'aide de Madame NOBLE à la mise en forme et à la présentation de ce mémoire.

INTRODUCTION

Pour déterminer la structure de la bainite à l'échelle submicroscopique, nous avons choisi des alliages et des températures tels que la formation de carbures soit retardée et que les transformations de la matrice puissent être observées sans gêne. Le silicium est un élément qui retarde la formation de la cémentite et sépare nettement les déterminations perlitique et bainitique des courbes TTT (I) (*figure 1*).

Malgré l'utilisation de la bainite sur le plan industriel (1, 2, 3) sa structure n'est pas décrite de la même manière par les chercheurs qui ont abordé son étude depuis les travaux de Bain et Davenport (4). Cela est dû au fait que les formes de bainite sont très nombreuses et très variées (5, 6, 7, 8). La nature et la morphologie des phases qui la constituent offrent une telle diversité que les définitions que l'on a données de la bainite sont très différentes (9, 10, 11, 12, 13, 14). La présence simultanée d'austénite-mère, d'austénite enrichie, de martensites de taux de carbone différents, de ferrite et de carbures de divers types, a pratiquement interdit de préciser les processus de transformation qui interviennent. Les hypothèses sont donc nombreuses (15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25) et parfois contradictoires (26, 27).

Les relations d'orientation entre la ferrite et l'austénite ont été déterminées par diffraction des rayons X (28). Elles se réduisent effectivement à celles de Wassermann-Nishiyama et à celles de Kurdjumov-Sachs (29, 30, 31).

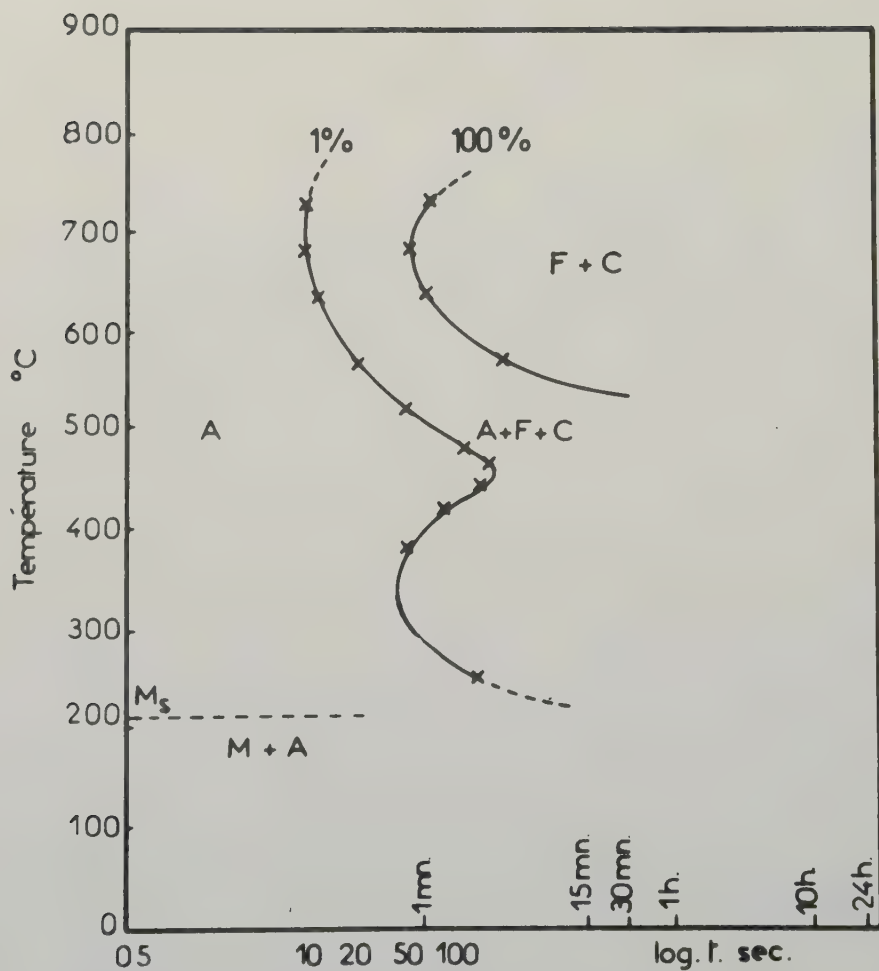


FIGURE 1

COURBE TTT (I)

Composition de l'acier : C = 1,15 %

Si = 3,75 %

Austénitisation : 1135°C ± 5°C - 30 minutes

Mais aucune étude locale n'a encore été faite par microdiffraction des électrons ce qui laisse la possibilité d'existence d'autres relations rares mais peut être importantes du point de vue des propriétés (32). En ce qui concerne les plans d'accolement, leur détermination par microscopie électronique s'impose encore plus parce que le microscope optique ne permet pas de définir de façon suffisamment précise la direction d'allongement des précipités. Une seule étude avait été faite jusqu'ici dans cette direction (33).

Les objectifs principaux de nos recherches ont été les suivants :

- le degré d'enrichissement de l'austénite
- les relations d'orientation entre la ferrite et l'austénite.
- le plan d'accolement
- quel est le processus initial de la transformation ? Peut-il être de nature martensitique ?
- nature des carbures
- leur formation a-t-elle une influence sur le processus initial ?

De nombreux éléments d'alliage favorisent l'enrichissement en carbone de l'austénite résiduelle pendant la transformation bainitique. Citons en particulier le chrome, le manganèse, le nickel, le vanadium, l'aluminium et le silicium. Il faut cependant noter que seuls les trois derniers de ces éléments accroissent considérablement le paramètre cristallin de l'austénite. Le rôle de la température est très important. Dans certains aciers alliés on observe un enrichissement en carbone faible et de courte durée qui s'explique par une précipitation postérieure de carbures. C'est en particulier le cas pour les aciers à 1,4 % C et 3,5 % Cr et les aciers à 1,2 % C et 3,6 % Mn qui subissent des transformations l'un à 400°C et l'autre à 350°C. Tous ces alliages

donnent un phénomène trop faible ou trop court pour être facilement étudié. Il en va de même pour l'acier à 0,6 % C et 6 % Ni traité à 500°C (34). Nous ne pouvions donc retenir pour la commodité de l'étude que les aciers au vanadium, au silicium ou à l'aluminium. Nous avons éliminé le vanadium parce que son action carburigène est trop puissante. Nous n'avons pas retenu l'aluminium à cause du manque de données précises sur les diagrammes Fe-C-Al. Le silicium semblait donc être l'élément d'addition le plus intéressant.

Les travaux de J. Pomey (35, 36) ont montré en effet que les aciers au silicium permettent une approche de l'étude expérimentale des processus mis en cause et l'élaboration d'une théorie. Les aciers qu'il a étudiés avaient une teneur en carbone de l'ordre de 1 % et une teneur en silicium variant autour de 2 %. Le nickel, le cuivre, le manganèse étaient en faible teneur. Pendant la transformation bainitique, J. Pomey a obtenu, au cours du traitement intermédiaire, un agrégat ferrito-austénitique avec du carbure c dispersé dans la phase ferritique.

En utilisant l'influence inhibitrice du silicium sur la précipitation des carbures et, en particulier, de la cémentite, nous avons élaboré et étudié des alliages dont le taux de silicium est suffisamment élevé pour permettre à la fois d'éviter la formation prématurée de carbures et d'obtenir une coupure nette entre les réactions successives. La teneur en silicium que nous avons choisie après plusieurs expériences préliminaires est de l'ordre de 4 % (en poids).

Avant toute chose, il était nécessaire de voir comment le silicium modifie l'allure des courbes TTT (I) d'aciers hypereutectoïdes ou de fontes. Nous avons donc tracé une de ces courbes sur un alliage contenant 1,13 % C et 3,75 % Si, (*figure 1*). La détermination des instants de début et de fin de

transformation a été faite soit par dilatométrie absolue, soit par micrographie. Précisons tout de suite que nous n'avons pas observé de différences sensibles entre les deux manipulations malgré une mise en température nettement moins rapide dans le cas de l'enregistrement dilatométrique. Nous n'avons pas pu relever les températures A_1 et A_3 parce que l'on observe, dans ce type d'alliage, une graphitisation facile qui débute avant A_C . Cependant, le point A_1 remonte quand le taux de silicium augmente en accord¹ avec le caractère alphasène de cet élément (37).

La comparaison de l'ensemble des courbes TTT (I) d'alliages riches en silicium montre que la présence de silicium provoque l'apparition d'une "baie" caractéristique d'une coupure entre les déterminations perlitique et bainitique de la courbe (38, 39). Cette coupure a son amplitude proportionnelle à la teneur en élément d'alliage. A taux de carbone quasiment identiques, la température de recouvrement des deux domaines s'abaisse légèrement lorsque la teneur en silicium croît (40, 25).

D'autre part, le silicium provoque un étalement très important de la transformation bainitique. Nous n'avons pas pu relever les fins de transformation bien que l'observation en soit relativement aisée dans les aciers non alliés.

Enfin, la variation de la teneur en silicium n'a pas révélé une variation notable de la température de début de transformation martensitique bien que le facteur correctif de Steven et Haynes laisserait prévoir une telle variation (41).

Pour l'alliage ainsi choisi, la température de maintien la plus convenable est de 420°C car il ne se forme pas de carbure ϵ et l'on se trouve nettement dans le domaine bainitique (*figure 1*) (36).

Le taux de carbone a été déterminé de telle façon que les alliages utilisés soient hypereutectoïdes. On évite ainsi la formation de ferrite proeutectoïde qui pourrait initier d'autres phénomènes. Aucune étude n'avait été faite, à notre connaissance, sur les aciers hypereutectoïdes (42) (1970).

Enfin, il est évident que pour pouvoir aborder l'étude cristallographique de la transformation, il faut que l'observation des différentes matrices soit effectuée in situ au microscope électronique. La technique des répliques est donc à rejeter. C'est la raison pour laquelle le premier but que nous nous sommes fixé est la mise au point d'une technique d'élaboration de lames minces, valable pour toutes les structures (y compris celles qui contiennent du graphite). Nous sommes parvenu en effet à obtenir des lames correctes avec une fréquence supérieure à 70 %.

CHAPITRE I

TECHNIQUES EXPERIMENTALES

I - ELABORATION DES ALLIAGES

Les alliages ont été préparés à partir de poudres très fines de fer, de silicium et de carbone dont les teneurs en impuretés sont les suivantes :

Fer ex carbonyl : carbone 0,04 % - azote 0,022 % - oxygène 0,22 %

Carbone : traces de Ca, Mg, Si, Cu

Silicium : moins de 0,01 % d'impuretés

Les mélanges de composants, d'un poids total de 1 kg, sont brassés de façon à obtenir une répartition à peu près uniforme des éléments de base puis subissent une mise en forme par compactage sous une charge de 20 tonnes. On obtient alors des pastilles de 40 mm de diamètre et 30 mm de haut que l'on dépose dans le creuset en alumine-magnésie du four à induction de 30 Kw. La fusion est effectuée sous vide primaire après un dégazage préliminaire d'une durée supérieure à 3 heures. On procède à une bonne homogénéisation du bain par un brassage énergique de quelques minutes puis on coule sous vide dans une lingotière en fonte. Les lingots ont une section de $30 \times 25 \text{ mm}^2$ et une hauteur qui dépend de l'importance de la chute que nécessite l'élimination des retassures.

Les analyses chimiques ont été effectuées par les laboratoires du Centre de Recherches de Pont-à-Mousson. Nous avons toujours observé une perte

en carbone due à sa gazéification par l'oxygène provenant du dégazage des échantillons et de l'appareil. Parallèlement, la teneur en silicium s'élève légèrement. Dans la gamme des alliages que nous avons élaborés, cette variation des teneurs a toujours été relativement constante. Nous rappelons que nos alliages, devant contenir de 3,5 à 4 % de silicium (en poids), ont été choisis de façon à ce que l'austénite soit saturée en carbone à 1140°C : leur teneur en carbone doit être supérieure à 0,9 % (en poids).

II - TRAITEMENTS THERMIQUES

Les échantillons destinés aux traitements thermiques ont la forme de plaquettes de 20 mm x 20 mm et 2 mm d'épaisseur. Ils ont toujours été prélevés dans la partie inférieure des lingots. Cette région a été choisie pour éviter les ségrégations toujours présentes au voisinage des retassures. Notons à ce propos que les lingots bruts de coulée sont très difficiles à découper à la scie à métaux et qu'il faut utiliser une tronçonneuse avec des disques spéciaux bien que la structure initiale soit apparemment de la "perlite fine". C'est le premier fait expérimental dû au taux élevé de silicium que nous ayons relevé.

Le traitement thermique comprend plusieurs phases (*figure 2*) :

- austénitisation et homogénéisation isothermes
- trempe dans un bain métallique suivie d'un maintien isotherme
- trempe finale dans de l'eau salée à - 5°C permettant d'interrompre brusquement la transformation.

1 - Austénitisation et homogénéisation

La température a été fixée à $1135^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ de façon à avoir une austénite saturée en carbone. Certes il eut été préférable de choisir la température de 1143°C mais diverses raisons s'y opposent :

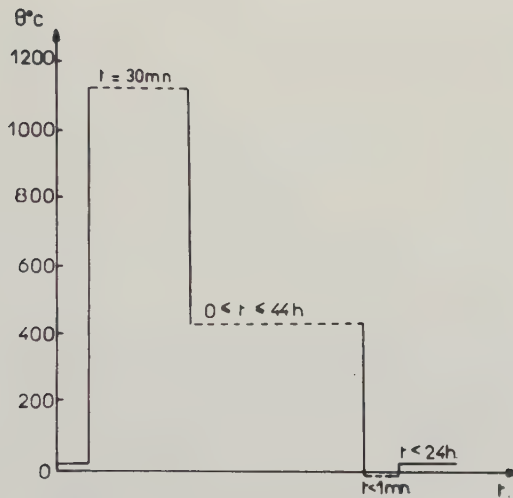


FIGURE 2

Schéma des traitements thermiques.

- la régulation de la température introduit une marge de variation de $\pm 5^\circ\text{C}$ seulement
- le gradient de température dans le four est trop élevé pour que la valeur absolue de la température dans l'échantillon soit définie à une précision supérieure : tout risque de fusion doit être évité de façon d'autant plus impérative que la fusion provoquerait immédiatement une ségrégation.

Dans les conditions ainsi précisées, l'homogénéisation est effectuée par maintien en température pendant 30 minutes. Cette durée que nous avons choisie arbitrairement est à la fois assez longue pour de petites épaisseurs et assez courte pour éviter un grossissement de grain excessif.

Nous tenons à insister sur le problème de la mise en température qui est, à nos yeux, très important. En effet, la teneur élevée en silicium

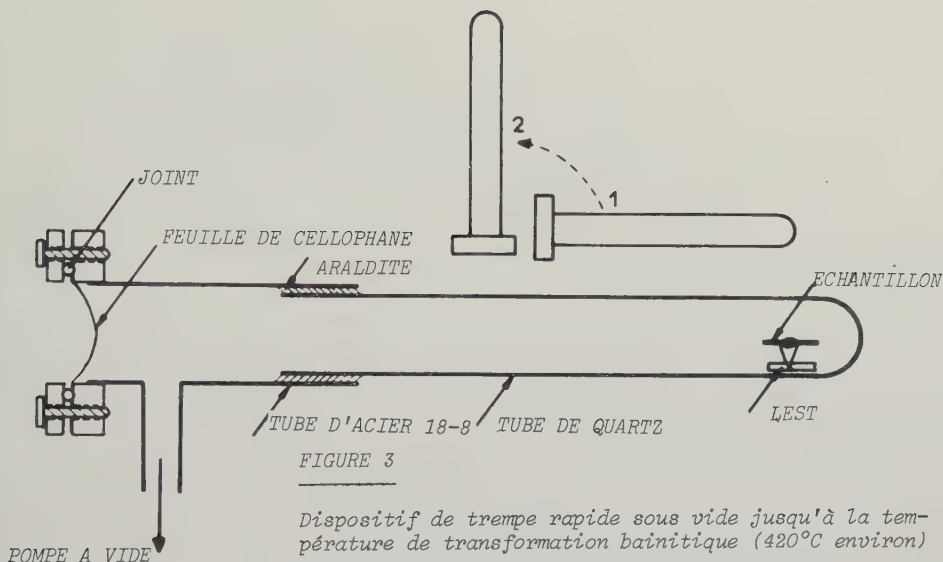
favorise la graphitisation et une vitesse de chauffage trop faible aurait les conséquences néfastes suivantes :

- début de graphitisation vers 800°C créant un gradient de concentration en carbone et une ségrégation de silicium dans l'austénite.
- remise en solution à haute température du graphite formé à partir de 800°C avec enrichissement de certaines plages d'austénite.
- impossibilité de la redissolution complète du graphite à 1130°C même au bout de 100 heures. La sursaturation locale en Si est probablement responsable de ce fait.

Les échantillons sont placés dans un tube en quartz dans lequel on fait le vide, puis après un dégazage d'une heure, l'ensemble laboratoire est porté à haute température, toujours sous vide, dans un four stabilisé à $1135 \pm 5^\circ\text{C}$. Pendant cette manipulation, on observe, à l'aide du tube à décharge, un très léger dégazage. La mise en température se fait en 15 minutes ; le seuil de 1000°C est atteint rapidement et on évite ainsi les ennuis énumérés ci-dessus.

2 - Trempe

Nous avons essayé de réduire dans toute la mesure du possible la durée de contact de l'échantillon en cours de trempe avec l'air ambiant. Aussi avons-nous remplacé les dispositifs classiques à robinet ou à vanne par une fenêtre de cellophane qui est percée par l'échantillon pendant sa chute vers le bain de trempe (*figure 3*). Après trempe directe dans l'eau, des échantillons prépolis conservaient une surface dénuée de couche d'oxyde visible à l'oeil. Le seul inconvénient de cette méthode est la durée de vie assez courte des tubes laboratoires par suite de la répétition des implosions dues à la rupture de la fenêtre de cellophane.



1 Position d'homogénéisation à 1135°C

2 Position de trempe

3 - Bains de trempe

- Les maintiens bainitiques se font dans des bains de plomb pur. Dans cette étude, nous n'avons jamais utilisé de mélanges plomb-étain car ce dernier élément est un agent décarburant très actif capable de transformer une fonte blanche trempée puis maintenue pendant 24 heures à 350°C en fer doux déformable à la main.

Les variations de température sont négligeables pendant la durée des manipulations dans les bains fortement calorifugés et l'élévation de température lors de la trempe des échantillons, bien qu'éphémère, est compensée, juste avant l'opération, par addition dans le bain de plaquettes froides de mêmes dimensions. Ainsi, juste après la trempe, la température remonte au maximum de 2°C et revient à sa valeur initiale très rapidement. En outre, les échantillons sont lestés pour éviter leur remontée à la surface du plomb liquide et les maintenir dans les zones profondes du bain où sont placés les thermocouples.

- Pour interrompre le maintien bainitique, on effectue des trempes rapides. Nous avons utilisé comme bains de trempe des saumures réfrigérées à -5°C . Nous avons également utilisé l'azote liquide pour compléter la trempe et réaliser une transformation presque complète de l'austénite qui n'avait pas été transformée par trempe à -5°C .

4 - Vitesse de trempe

Pour déterminer l'ordre de grandeur de la vitesse de refroidissement des échantillons, nous avons trempé, dans les mêmes conditions, en enregistrant la température d'une éprouvette de nickel de rapport $\frac{s}{v}$ un peu plus faible. Cette température se stabilise à 420°C en moins de 4 secondes. Dans ces conditions, on peut affirmer que les plaquettes, même lestées, sont en équilibre de température au bout d'un temps maximal de cet ordre, ce qui est largement suffisant si l'on tient compte de la durée d'incubation qui est de l'ordre de 2 minutes. Le nez perlitique est situé à 9 secondes.

En conclusion, nous tenons à insister sur le fait que toutes ces conditions doivent être strictement remplies car elles sont nécessaires à la bonne compréhension des différents phénomènes.

III - EXAMENS AU MICROSCOPE METALLOGRAPHIQUE

1 - Polissage des échantillons

Après traitement thermique, les plaquettes sont polies, sous eau, sur papier à grains différents, décroissants du type 100 à 600. La surface finale est obtenue soit par polissage sur disques diamantés ($6 - 3 - 0,25 \mu$), soit par polissage électrolytique en cellule. En général, pour toutes les structures présentant des constituants de trempe, nous avons utilisé la deuxième méthode car elle présente l'avantage de ne pas provoquer d'échauffement local entraînant un

léger revenu de la martensite. La première méthode n'est utilisée que pour l'observation de plages contenant du graphite.

2 - Réactifs d'attaque

Nous avons utilisé les réactifs suivants :

Nital à 4 %

Ce réactif est classique dans le cas des structures comprenant des carbures.

Acide chromique

1) Par voie chimique : avec une addition d'acide chlorhydrique il attaque sélectivement l'austénite et met en évidence des aiguilles de martensite même en très faible quantité.

2) Par voie électrolytique : on a les mêmes avantages que par voie chimique mais le résultat est nettement plus contrôlable

$$U = 3 \text{ V} \quad I = 5 \text{ A}$$

Réactif de Klemm (43)

C'est un colorant sélectif de la ferrite. Dans le cas des ferrites au silicium, la teinte observée est brun clair.

Il va de soi que les différents procédés d'éclairage ont été utilisés. Nous ne citerons que la lumière polarisée qui nous a permis de distinguer les petits sphéroïdes de graphite, les alvéoles laissées par leur arrachement éventuel et les micropiqûres ou les précipités de petite taille.

IV - EXAMENS AU MICROSCOPE ELECTRONIQUE

1 - Mise au point d'une technique d'ultra-amincissement (44) (45) (46)

Nous n'insisterons pas sur le fait que l'emploi de lames minces est une des meilleures techniques actuelles d'observation au microscope électronique

par transmission. Au début de nos recherches, nous avons tout de suite remarqué que les méthodes existantes ne sont valables que dans chaque cas précis particulier. Le nombre des solutions proposées par les différents auteurs n'est que le reflet de la difficulté du problème. De plus la présence de silicium accroît les difficultés. Nous avons dû mettre au point une élaboration simple mais efficace dans tous les cas, c'est-à-dire pour n'importe quel alliage fer-carbone ou fer-carbone-silicium ayant subi un traitement thermique quelconque y compris la graphitisation.

A l'inverse de nombreux expérimentateurs, nous ne laminons pas l'alliage avant le traitement : on ne peut avoir la complète certitude que le souvenir de la texture de laminage ait été tout à fait effacée même après des maintiens prolongés à haute température. Dans notre méthode, nous effectuons les différents traitements thermiques sur des plaquettes que nous soumettons ensuite à l'ultra-amincissement. La préparation des lames minces comprend deux parties :

a) - Pré-amincissement mécanique

Après collage à froid à l'aide de résines synthétiques, technique qui permet d'éviter une évolution éventuelle des structures, les plaquettes sont usées à froid sous eau et leur épaisseur sensiblement uniforme passe de 2 mm à 0,03 mm. Il est très important que les surfaces finales soient dénuées de toute rugosité. Pour cela il faut utiliser à la fin de l'opération un papier à grain très fin. La principale difficulté vient du fait que la lame a tendance à se courber et à se détacher dans le cas par exemple des échantillons contenant de la martensite ou de lédéburite. C'est la libération des contraintes qui produit cet effet. On pourrait, au contraire, procéder au traitement thermique sur des lames pré-amincies, mais dans notre cas il y a trois faits qui s'y opposent :

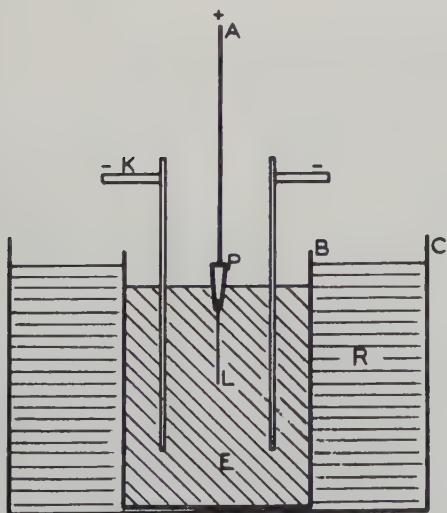
- la trempe dans des bains de plomb provoque le dépôt d'une couche de ce métal impossible à enlever sur une lame de 0,03 mm seulement d'épaisseur.

- il n'est pas évident que les transformations soient identiques dans un échantillon massif et dans un échantillon ultra-mince.
- une légère décarburation accidentelle entraînerait des conséquences assez graves.

b) - Amincissement électrolytique

α - Choix de la cellule

Primitivement nous avons essayé différents types de cellules que nous nous contentons d'énumérer : cathode ou anode, plate, tournante, bi-cathodes inclinées, bi-cathodes verticales à surfaces variables. C'est le dernier modèle (*figure 4*) que nous avons retenu pour de multiples raisons dont la principale est qu'il permet un amincissement symétrique et progressif. Les cathodes peuvent être à l'extrême soit des plaquettes de $20 \times 5 \text{ cm}^2$, soit des aiguilles.



- E : Electrolyte
- L : lame
- P : porte-échantillon
- B : b cher (1 litre)
- C : cristallisateur
- R : bain r frig rant   0 C
- K : cathode
- A : anode

FIGURE 4

Sch ma de la cellule d' lectrolyse.

β - Choix des électrolytes

Nous nous sommes astreint à n'utiliser que des électrolytes transparents qui permettent de suivre la manipulation de façon continue. Cela nous a conduit à exclure les mélanges de type acide chromique - acide acétique. Par contre nous avons utilisé et parfois conçu des électrolytes nouveaux à base :

- acide perchlorique
- acide acétique
- acide orthophosphorique
- acide sulfurique
- glycérine
- éther monobutylique de l'éthylène glycol (butylcellosolve)

Nous n'avons jamais ajouté d'eau, même en quantité minime, aux différentes solutions utilisées.

Les principaux électrolytes élaborés ont été les suivants :

<u>GROUPE I</u>	{	<i>acide perchlorique (30 à 5 %)</i>
		<i>acide acétique (70 à 95 %)</i>
		<i>addition éventuelle de glycérine.</i>

<u>GROUPE II</u>	{	<i>acide perchlorique (20 à 2 %)</i>
		<i>butylcellosolve (80 à 98 %)</i>

<u>GROUPE III</u>	{	<i>acide perchlorique (3 à 5 %)</i>
		<i>acide acétique (4 %)</i>
		<i>butylcellosolve (93 à 91 %)</i>
		<i>addition éventuelle de glycérine.</i>

Il faut noter que le résultat est sensible à une variation de concentration d'acide de l'ordre de 1 %.

Un bain que nous avons utilisé beaucoup plus rarement que les précédents est le suivant :

<u>GROUPE IV</u>	{	<i>acide orthophosphorique (55 à 65 %)</i>
		<i>acide sulfurique (45 à 35 %)</i>

c) - Facteurs ayant une influence sur les conditions de polissage

α - La tension

La méthode classique qui consiste à tracer la courbe caractéristique d'électrolyse $I = f(V)$ pour rechercher la tension d'électrolyse tombe en défaut pour la plupart des électrolytes que nous avons utilisés par suite de l'absence de palier ou d'inflexion nette sur cette courbe. De plus, même si cette courbe était nette pour le fer pur, elle serait profondément modifiée par la diversité de nature des surface des différentes phases qui constituent l'alliage. Aussi avons nous préféré utiliser une méthode peut être plus empirique mais certainement plus efficace qui consiste à observer minutieusement la formation et l'écoulement de la couche visqueuse à la surface de la lame (figures 5₁ et 5₂). La couleur de cette couche constitue également un guide précieux.

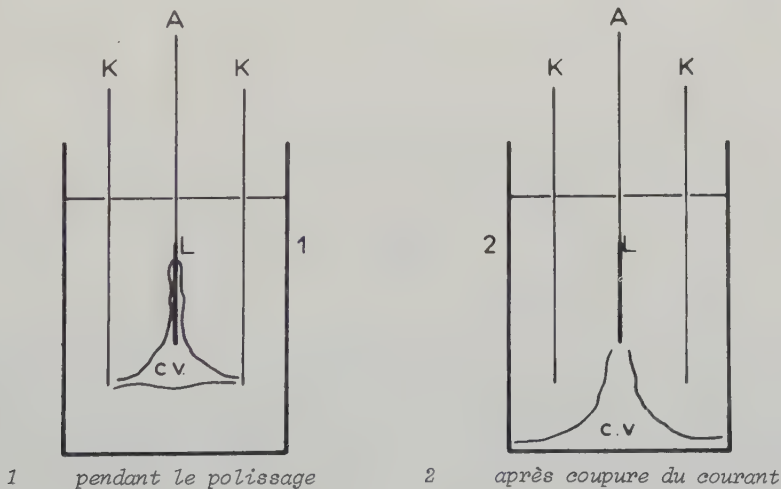


FIGURE 5

Méthode de détermination visuelle des conditions optimales de formation de la couche visqueuse.

Positions de la couche visqueuse

La couche visqueuse se présente suivant la valeur précise de la tension appliquée soit sous la forme d'un film soit sous la forme de flocons accompagnés ou non de bulles. C'est le film fin qui est la forme la plus favorable. Elle doit s'écouler lentement. Le renouvellement de l'électrolyte, très régulier, se fait par déplacement du film. Par contre, la présence de bulles nécessite une tension trop élevée qui entraîne une élévation de température particulièrement néfaste dans le cas des martensites au carbone ou à l'azote. Les électrolytes du groupe I ne doivent d'ailleurs pas être utilisés dans ce cas.

Dans la plupart des cas nous conseillons d'appliquer très rapidement une surtension élevée au début du polissage de chaque lame dont l'état de surface, rugueux à l'échelle microscopique, empêche l'écoulement régulier de la couche visqueuse ce qui peut entraîner une oxydation locale de la surface de la lame. On réajuste le potentiel à sa valeur correcte dès que toute la couche s'étend régulièrement sur la surface de la lame. Si l'on appliquait la surtension d'accrochage de la couche pendant un temps trop long, la lame se couvrirait d'une couche d'oxyde qu'il serait très difficile d'enlever.

Dans le cas des fontes blanches, la tension est déterminée à 0,5 volt près et lorsque la lame présente des zones très minces, susceptibles d'être transparentes aux électrons, il se produit un effet de pointe localisé dans ces zones. Si on veut les conserver on ne peut interrompre la dissolution qu'en diminuant la tension d'un volt au maximum.

Enfin, soulignons qu'il est préférable de sortir la lame du bain avant de couper le circuit électrique car il se produit généralement une dissolution préférentielle des zones minces dès l'instant que l'anode reste au contact de l'électrolyte.

β - La température

C'est un paramètre sur lequel nous devons insister d'autant plus qu'on a souvent tendance à le négliger. Nous avons pu observer qu'une variation

de $\pm 5^{\circ}\text{C}$ peut causer un insuccès, en particulier dans le cas des électrolytes des groupes II et III. En conséquence, la cellule est toujours maintenue dans un cristallisateur réfrigérant dont la température, fixe, est comprise, suivant le cas, entre 3 et 15°C .

γ - Densité de courant

L'ultra-amincissement idéal donnerait une lame à faces parallèles. Il arrive cependant très souvent que les deux faces forment un biseau d'angle faible ce qui permet une utilisation correcte. Par contre, on observe parfois des bords arrondis opaques aux électrons. Nous avons montré que ce grave défaut est dû soit à une densité de courant trop élevée (effet de peau d'orange) soit au contraire à une densité de courant trop faible (peau de crapaud). On peut régler cette densité en modifiant soit la géométrie du champ électrique entre anode et cathode soit la nature de l'électrolyte. Il est évident que la surface même de l'échantillon joue un rôle important. La densité de courant peut être correcte pour un grand échantillon et ne plus l'être pour un petit même si la tension appliquée est identique dans les deux cas. Dans le cas d'un échantillon trop petit, par exemple, on peut toujours compléter sa surface à l'aide d'une surface de même nature.

δ - Profondeur d'immersion

On a intérêt à plonger l'échantillon à une profondeur d'immersion de l'ordre de 2 cm. C'est la marge de sécurité nécessaire pour éviter l'influence de la pince porte-objet dans la formation de la couche visqueuse. L'importance de la couche formée par cette pince gêne particulièrement le mécanisme de renouvellement de l'électrolyte.

ϵ - Age des bains

Un litre d'électrolyte n'est pratiquement plus utilisable après 20 à 25 polissages. Dans certains cas, le vieillissement est encore plus rapide.

A l'opposé, un bain fraîchement préparé est inutilisable. Il est nécessaire d'y ajouter 20 à 30 cm³ d'électrolyte usagé.

d) - Prélèvement et observation de la lame mince

Après sa sortie du bain, la surface doit être parfaitement lavée avec un liquide ne provoquant aucune oxydation lors de son évaporation. Nous avons toujours utilisé l'alcool méthylique. Si une lame est parfaitement polie, elle est mince sur toute sa surface. Dans certains cas, nous avons obtenu des lames minces de 4 cm² qui épousaient la forme du bord du cristallisateur quand on le vidait. Le prélèvement de la lame mince se fait par découpage au scalpel et si tout l'ensemble est très mince, elle se froisse comme du papier d'aluminium. Nous avons observé ce fait même dans le cas de la martensite. Enfin, un dernier test de la minceur de la lame est sa chute lente au fond d'un cristallisateur rempli d'alcool.

Cependant, c'est évidemment l'observation au microscope électronique qui finalement tranche la question.

e) - Résultats - Applications

Grâce à cette méthode, nous sommes parvenu à élaborer des lames ultra-minces à partir d'alliages contenant de 0 à 4 % de carbone et de 0 à 4 % de silicium ayant subi tous les traitements thermiques possibles. Pendant tous les essais nous avons toujours obtenu une proportion de réussite supérieure à 80 %. Dans le cas des fontes grises, il n'est pas possible d'amincir le graphite par voie électrolytique mais on peut obtenir des lames minces correctes de la matrice. Nous tenons à signaler le fait que nous sommes les premiers à avoir pu observer des fontes blanches ou grises au microscope électronique par transmission grâce à la mise au point de nouveaux électrolytes dont le comportement est très peu sensible à l'hétérogénéité de l'alliage.

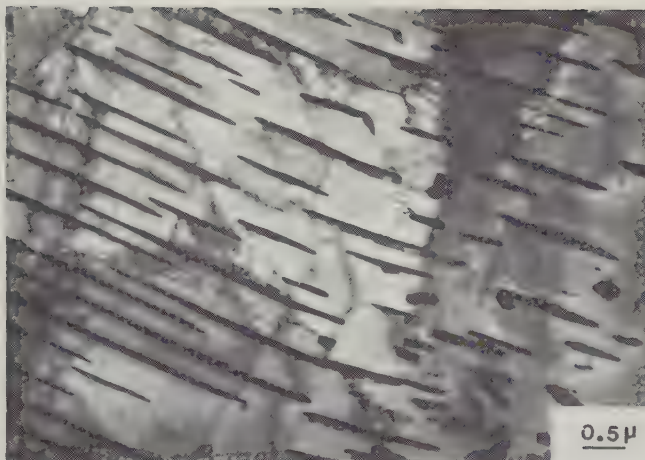


FIGURE 6

Pearlite d'une fonte blanche. La cémentite lamellaire est noire ; la ferrite est blanche.

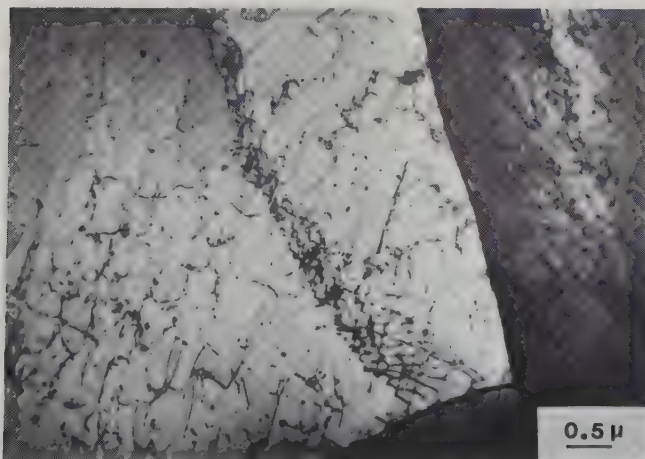


FIGURE 7

Aspect de la matrice ferritique d'une fonte malléable de type "américaine".

Exemple : Cas d'une lédéburite trempée puis revenue. Il eut été fastidieux de présenter un atlas micrographique des différentes structures obtenues mais *les figures 6 et 7* illustrent les cas dans lesquels nous avons rencontré les plus grandes difficultés.

Sur la première, on observe une structure eutectoïde extrêmement fine. Il faut noter que les lamelles de cémentite très développées dans certains grains le sont beaucoup moins dans d'autres où s'amorce une coalescence. Sur la seconde, on a un réseau de dislocations bien orientées mais il faut surtout relever d'une part, la présence d'un sous-joint et d'autre part, l'absence de précipités.

Enfin, cette méthode a été employée avec succès par de nombreux chercheurs du laboratoire pour l'étude d'alliages ferreux contenant ou non des interstitiels, alliés ou non. Elle a été complétée par Jungmann (47) dans le domaine des électrolytes de faible viscosité auxquels son enregistreur d'impédance est parfaitement adapté. Elle reste seule efficace dans celui des électrolytes très visqueux comme, par exemple, le mélange acide perchlorique-butylcellosolve.

2 - Application de la technique des répliques aux fontes grises

Les techniques d'ultra-amincissement actuelles ne permettent pas l'observation correcte du graphite dans les fontes grises. Les répliques simples au carbone ou les répliques doubles au collodion-carbone peuvent alors être utilisées malgré d'énormes difficultés qui ont été surmontées par B. Laurent (48) en oxydant la surface métallique à 700°C pendant quelques secondes. Cette oxydation favorise le décollage de la réplique. Le graphite n'est pas extrait mais l'empreinte qu'il a laissée à la surface de la réplique est d'excellente qualité.

V - DETERMINATION DES PHASES EN PRESENCE

1 - Diffraction des électrons

Les différentes phases peuvent être identifiées à l'aide de clichés de microdiffraction des électrons effectués sur des plages convenablement choisies. En général, l'aire diffractante est de l'ordre de 1 micron carré, et l'on obtient un cliché de taches fines puisque la dispersion due à une légère désorientation entre cristaux voisins appartenant à une même phase est réduite au minimum. Cette condition est également très favorable lorsqu'on recherche un plan d'accrolement en déterminant ses traces sur les différents plans de coupe (49).

2 - Techniques radiocristallographiques

Nous avons utilisé un goniomètre de Berthold à compteur monté sur un générateur à anticathode de cobalt. Le faisceau de rayons X est monochromatisé à l'aide d'une lame de quartz courbe. Nous avons opéré le plus souvent sur des échantillons massifs et parfois sur des poudres. La surface des échantillons massifs est polie comme pour l'observation au microscope métallographique. Elle n'est généralement pas attaquée. Nous avons effectué nos observations sur échantillons massifs soit à la température ambiante, soit à des températures supérieures à 20°C ou encore dans une gamme de températures comprises entre - 195°C et l'ambiante. Nous ne nous attarderons pas sur les mesures faites à 20°C car elles sont classiques, mais nous insisterons sur les deux autres groupes d'expériences plus originales qui ont été faites sur chambres mises au point et adaptées sur le goniomètre par A. Pianelli (50) pour les températures élevées et par J. Poirson (51) pour les hautes et basses températures. Ainsi, avons-nous pu vérifier la température de décomposition de l'austénite post-bainitique, en opérant en température croissant depuis 20°C et l'évolution de l'écart à la symétrie cubique de la martensite entre 20°C et la température de l'azote liquide. Dans le cas où les structures contiennent des carbures, nous avons préparé des échantillons

en poudre. Des attaques successives au nital à 40 % d'acide nitrique permettent de dissoudre la matrice ce qui déchausse les précipités que l'on récupère par grattage de l'échantillon. Cette opération doit être répétée de nombreuses fois si on veut obtenir une quantité suffisante d'extraits. Dans le cas de nos aciers, nous devons néanmoins faire des réserves sur l'inertie chimique des carbures vis-à-vis du réactif d'attaque. On admet généralement que les carbures de fer les plus courants ne sont pas modifiés par le nital à 40 % et il semble qu'il en est de même pour les silicocarbures. Précisons tout de suite que la détermination des carbures est plus facile par microdiffraction des électrons que par diffraction des rayons X.

VI - TECHNIQUE DILATOMETRIQUE

Nous avons utilisé la méthode dilatométrique sous ses deux formes classiques.

1 - La dilatométrie isotherme

Les courbes TTT (I) de nos alliages ont été tracées à l'aide du dilatomètre de trempe type Ditric construit par Adamel mis aimablement à notre disposition par Monsieur Bouvard, Chef du Département Aciers du Centre de Recherches de Pont-à-Mousson. Rappelons que la difficulté principale d'une telle expérience est l'austénitisation sous vide qui permet d'éviter un déplacement des nez des courbes. La détermination de la température M_S a également été faite avec cet appareil.

2 - La dilatométrie différentielle en température croissante

C'est une méthode particulièrement sensible dès l'instant que plusieurs réactions ne se déroulent pas simultanément. Nous pensons que c'est la manière la plus simple de mettre en évidence de faibles quantités de martensite.

L'observation au microscope électronique peut sembler plus directe. Outre le temps qu'elle exige et les difficultés de la préparation de lames minces de martensite, cette méthode présente l'inconvénient de créer parfois dans les bords de la lame une nouvelle martensite par suite du relâchement de contraintes dues à la libération d'une nouvelle surface.

Toutes nos dilatométries différentielles ont été faites sur des éprouvettes de 2 cm de long avec une vitesse de chauffage de 300°C par heure et nous avons vérifié qu'une élévation en température de 150°C par heure n'entraîne aucune variation des phénomènes enregistrés. Il est néanmoins fort probable qu'une vitesse de 50°C par heure se traduit par une diminution des températures de début des différents phénomènes de l'ordre de 30°C pour des températures de transformation comprises entre 300 et 600°C. Les éprouvettes sont obtenues par tronçonnage des plaquettes. Il faut insister sur le soin que l'on doit apporter à cette opération. Une vitesse de découpage trop élevée et une lubrification insuffisante entraînent une transformation martensitique localisée autour des sphéroïdes dans le cas d'une fonte ferritique à graphite sphéroïdal. De tels accidents ne se produisent pas avec les échantillons de moins de 2 mm d'épaisseur.

VII - ANALYSES A LA MICROSONDE DE CASTAING (52)

Pour mettre en évidence une éventuelle ségrégation du silicium on peut utiliser trois techniques différentes ; les images X obtenues par balayage (scanning) d'un élément de surface, le balayage linéaire et le comptage point par point. En fait, nous avons surtout employé le balayage linéaire qui donne les variations de concentration le long d'un axe préalablement choisi. Nous avons cependant été amené parfois à faire des analyses locales précises par la méthode de comptage point par point.

VIII - ESSAIS MECANQUES

Dans le cadre de notre travail, nous n'avons mesuré que des duretés et des microduretés Vickers. En macrodureté nous avons pris la charge de 30 kg. Nous avons choisi la charge de 20 grammes qui convient parfaitement aux microstructures à différencier. Le nombre d'essais effectués sur plaquettes a toujours été supérieur à 10.

IX - TECHNIQUES GRAPHIQUES

1 - Les dosages de phases ont été effectués par micrographie quantitative. Les rapports d'aires étaient déterminés par pesée. Chaque mesure portait sur au moins 10 plages différentes.

2 - Les mesures d'angles entre les différents plans réticulaires diffractants ont été faites sur des agrandissements dans le rapport $\times 2,5$ des clichés de microdiffraction des électrons.

3 - Dans l'analyse du processus de la transformation bainitique à l'échelle atomique nous avons travaillé sur des stéréogrammes de 30 cm de diamètre qui autorisaient une précision de l'ordre de 30 minutes d'angle (53) (54).

CHAPITRE II

LES DEUX ETAPES DE LA TRANSFORMATION A 420°C DES ALLIAGES Fe-C-Si

CONTENANT ENVIRON 1,5 % C et 3,9 % Si.

L'analyse thermodilatométrique en température croissante, la micrographie optique et la diffraction des rayons X nous ont permis de montrer que la transformation isotherme aux environs de 420°C des alliages fer-carbone-silicium contenant environ 1,5 % C et 3,9 % Si, se déroule en deux étapes dont la première, d'une durée de l'ordre de 3 heures, peut être facilement saisie (56 - 57).

I - ETUDE DILATOMETRIQUE EN TEMPERATURE CROISSANTE

Les courbes différentielles de la *figure 10* mettent en évidence plusieurs transformations.

Sur la courbe 10-1 reproduite sur la *figure 8* relative à l'alliage brut de trempe, on note déjà :

- le long de A B C la précipitation du carbure ϵ
- le long de C C₁ la transformation de γ non transformée en martensite en $\text{Fe}_3\text{C} + \alpha$
- le long de C₂C₃ la transformation du carbure ϵ en Fe_3C .

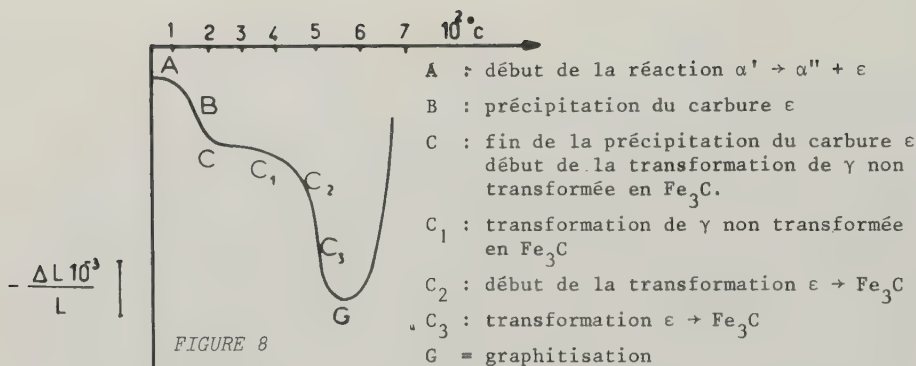


FIGURE 8

Schéma d'un enregistrement dilatométrique en température croissante ($v = 300^\circ\text{C}/\text{heure}$).

Alliage A : revenu du mélange "martensite + austénite non transformée"

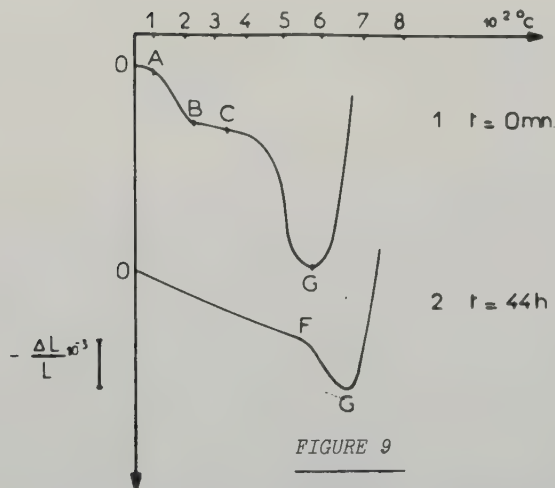


FIGURE 9

Alliage A : schéma d'enregistrements dilatométriques au chauffage ($v = 300^\circ\text{C}/\text{h.}$) d'échantillons ayant subi :

- 1 - une trempe martensitique
- 2 - une trempe à 420°C suivie d'un maintien bainitique de 44 heures.

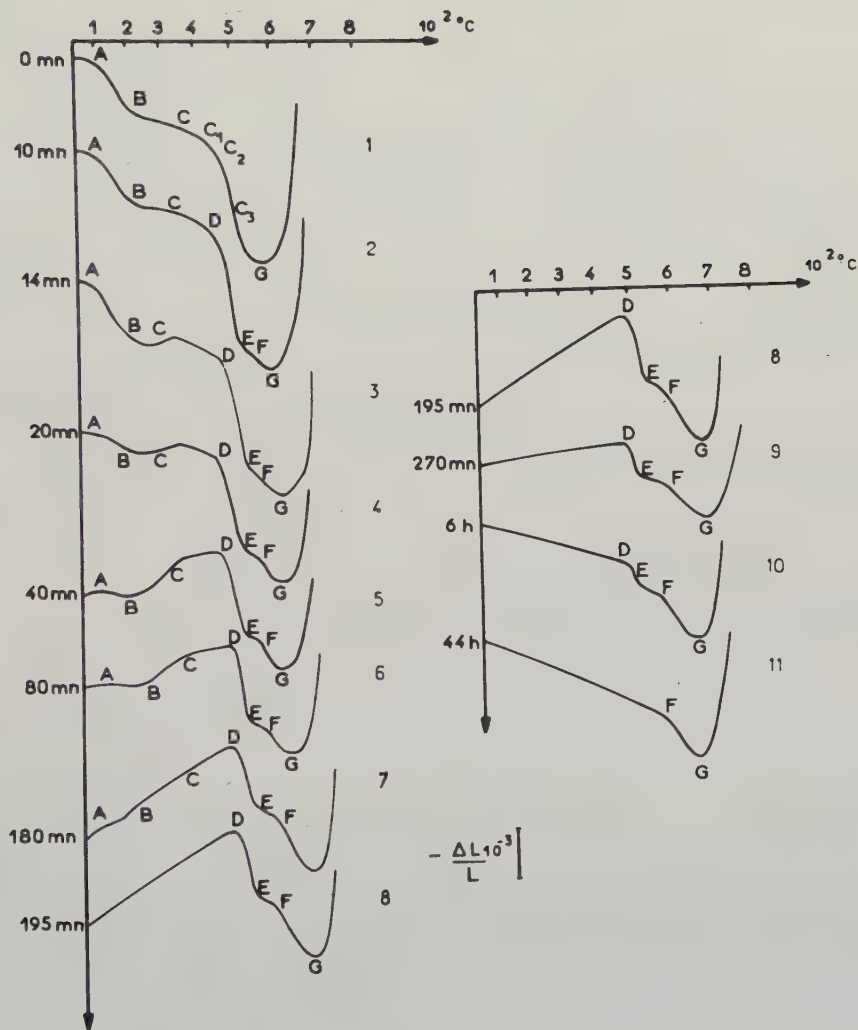


FIGURE 10

Alliage à 1,5 % C et 3,9 % Si. Evolution des courbes de dilatométrie en température croissante après différentes durées de maintien bainitique à 420°C ($v = 300^\circ\text{C}/\text{heure}$).

- à partir de G la graphitisation.

Au bout de 44 heures, c'est-à-dire après transformation totale (*figure 9* - courbe 2) on observe la loi de dilatation pure du mélange α + carbures formés au cours du maintien, puis le long de F G, la décomposition de ces carbures et enfin à partir de G la graphitisation. Le point d'inflexion F₁ situé vers 560°C, correspond au début de la transformation du mélange α + carbures en α + cémentite. Les carbures connus jusqu'ici, carbure ϵ et carbure de Hägg se transforment en cémentite à des températures beaucoup plus basses. L'analyse thermodilatométrique permet donc d'affirmer l'existence de nouveaux carbures, ce que nous prouverons de façon plus directe par rayons X et surtout par microdiffraction des électrons.

Les courbes effectuées sur des échantillons ayant subi des maintiens de durées intermédiaires (*figure 10*) sont infiniment plus complexes.

- La martensite formée par trempe de l'austénite n'ayant pas subi la transformation bainitique, très abondante pour les courbes 1 et 2 disparaît progressivement (courbes 3, 4, 5, 6 et 7) lorsque le maintien est prolongé. Son abondance est mesurée par l'amplitude de l'anomalie A B (*figure 10*). Elle a complètement disparu au bout de 195 minutes (courbe 8 - *figure 10*).

- L'arc de courbe sensiblement rectiligne C D devient de plus en plus important au fur et à mesure que la durée du maintien est plus grande. Sa pente croît également. Au bout de 195 minutes de maintien, on observe une droite entre la température ambiante et la température de 470°C correspondant au point D. Cette pente positive élevée nous fait penser à la dilatation pure d'une phase austénitique riche en carbone. Les mesures du paramètre cristallin par diffraction des rayons X confirment entièrement cette interprétation.

- L'existence du point d'inflexion F et l'amplitude de la contraction F G sont visiblement liées à la longueur du segment de droite C D (*figure 10* de 2 à 8). Lorsque toute la martensite a disparu (*figure 10* de 8 à 10) la courbe

représente correctement la contraction D E due à la décomposition de l'austénite riche en carbone en ferrite et nouveaux carbures puis la contraction F G liée à la transformation en cémentite des nouveaux carbures. La décomposition de l'austénite se traduit également par la diminution de la pente de la droite O D (*figures 10 de 8 à 10*). Par contre, l'amplitude de la contraction F G correspondant à la décomposition des carbures en cémentite reste très sensiblement constante depuis une durée de maintien de 195 minutes.

La transformation globale comprend donc deux étapes dont la limite (*figure 10 - 8*) peut être définie dilatométriquement par l'apparition du segment de droite O D liée à l'existence de l'austénite riche dont la décomposition ultérieure constitue la deuxième étape du processus global. L'étude micrographique et les résultats de l'analyse par diffraction des rayons X confirment cette description que nous avons par ailleurs résumée dans les tableaux I et II ci-après.

II - ETUDE MICROGRAPHIQUE

1 - Structure à la fin de la première étape

Cette structure est de type ferrito-austénitique et ne contient pas trace de carbures.

Nous avons utilisé comme réactifs d'attaque et comme réactif colorant sélectif :

- l'acide chromique dont l'attaque se limite aux plages d'austénite ce qui déchausse les phases qu'elle contient et en particulier la ferrite.
- le réactif de Klemm qui colore en brun la ferrite alors que l'austénite reste parfaitement blanche. Sur la même plage repérée par empreintes de microdureté on observe que les surfaces déchaussées

Tableau I

des différents phénomènes en cours d'enregistrement.

Temps de maintien à 420°C	A	B	C	D	E	F	G
0 minute	+	+	+	0	0	0	+
10 minutes	+	+	+	+	+	+	+
14 minutes	+	+	+	+	+	+	+
20 minutes	+	+	+	+	+	+	+
40 minutes	+	+	+	+	+	+	+
80 minutes	+	+	+	+	+	+	+
180 minutes	+	+	+	+	+	+	+
195 minutes	0	0	0	+	+	+	+
270 minutes	↓	↓	↓	+	+	+	+
6 heures	↓	↓	↓	+	+	+	+
44 heures	↓	↓	↓	0	+	+	+

par l'acide chromique sont précisément celles que colore le réactif de Klemm. Il n'y a donc aucune ambiguïté pour l'identification micrographique de la ferrite.

- le nital à 4 % qui colore en noir les aiguilles de ferrite ce qui, en l'absence de carbures, témoignerait d'une sous-structure très fine des aiguilles de ferrite.
- l'attaque électrolytique en solution chromique saturée révèle de façon particulièrement claire la structure des aiguilles

Tableau II

Evolution des phénomènes (apparition et disparition).

Temps de maintien à 420°C	Contraction AB	Expansion BC	Pente palier CD	Contraction DE	Contraction FG
0 minute	+	+	0		0
10 minutes	↘	↘	↗		↗
14 minutes	↘	↘	↗		↗
20 minutes	↘	↘	↗		↗
40 minutes	↘	↘	↗		↗
80 minutes	↘	↘	↗		↗
180 minutes	↘	↘	↗		↗
195 minutes	0	0	maximum	maximum	maximum
270 minutes	0	0	↘	↘	↓
6 heures	0	0	↘	↘	↓
44 heures	0	0	pente EF	0	↓

de ferrite se détachant sur un fond blanc d'austénite (*figure 11*). Les aiguilles de ferrite sont formées par alignement de petits blocs lenticulaires. L'aspect d'ensemble de la microstructure à l'échelle du microscope optique est du type structure de Widmanstätten.

La macrodureté de l'ensemble de cette structure est de $300 H_V^{30}$; la microdureté de la ferrite de $240 H_m^{20}$ et celle de l'austénite de $320 H_m^{20}$. Ces valeurs relativement élevées des microduretés de ces deux phases sont évidemment dues à la présence de silicium.

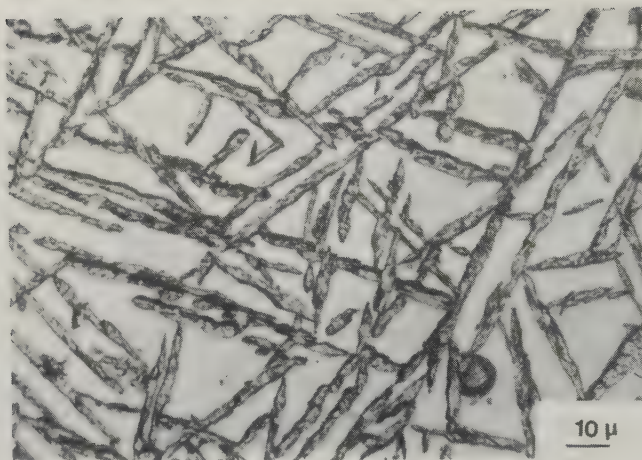


FIGURE 11

Structure de l'alliage A (γ à 1,17 % C et 3,9 % Si) après trempe bainitique suivie d'un maintien de 195 minutes à 420°C. La ferrite est grise, l'austénite enrichie apparaît en clair (attaque anodique à l'acide chromique).

Cependant, elles restent suffisamment faibles pour que l'on ne puisse les attribuer à la présence de carbures.

2 - Microstructure à la fin de la deuxième étape

C'est le nital à 4 % qui convient le mieux pour révéler cette structure. La figure 12 montre qu'elle est constituée par un agglomérat extrêmement fin de carbures (en gris) dispersés dans une matrice blanche de ferrite. Il est très difficile de relier cette structure à la structure de Widmanstätten tout au moins à l'échelle du microscope optique. Cependant, dans certaines zones on trouve un souvenir des orientations spécifiques de cette structure. Il faut noter que cette précipitation de carbures à partir d'une austénite riche en carbone ne rappelle en rien celles que l'on observe soit dans la perlite fine soit dans la martensite partiellement revenue.

Nous n'avons pas pu mesurer les microduretés des constituants de cette structure à cause de sa trop grande finesse. La dureté macroscopique,



FIGURE 12

*Structures obtenues après 44 heures de maintien bainitique à 420°C
(Alliage A : γ 1135°C à 1,17 % C et 3,9 % Si)*

Attaque au nital 4 %.

Les carbures apparaissent en gris sur un fond clair de ferrite.

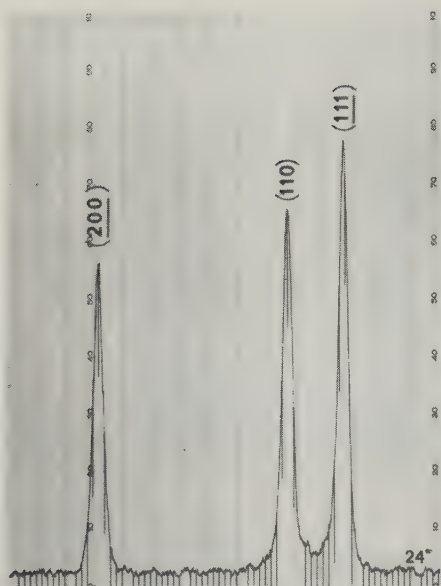


FIGURE 13

Diffractogramme d'un échantillon (Alliage A) après maintien bainitique de 195 minutes à 420°C puis trempé à - 5°C. Échantillon poli, non attaqué

$$h k l = c.c$$

$$\underline{h k l} = c.f.c.$$

(Ce diffractogramme n'est qu'une partie de l'enregistrement).



FIGURE 14

Diffractogramme effectué sur le même échantillon (figure 13) mais attaqué pendant 20 secondes à l'acide chromique

$$h k l = c.c$$

$$\underline{h k l} = c.f.c.$$

(Ce diffractogramme n'est qu'une partie de l'enregistrement).

de l'ordre de $480 H_{V30}$, est tout à fait normale pour un mélange de ferrite et de carbures dans les structures dites "intermédiaires".

III - IDENTIFICATION RADIOCRISTALLOGRAPHIQUE DES PHASES À LA FIN DE CHAQUE

ETAPE.

Dans cette étude nous avons choisi l'alliage qui contient 1,5 % de carbone et 3,9 % Si déjà utilisé en dilatométrie.

1 - Structure à la fin de la première étape

Les enregistrements au goniomètre à compteur (figures 13 et 14) confirment la coexistence d'austénite et de ferrite déjà mise en évidence par dilatométrie et micrographie optique. Cependant, les positions des raies de Debye-Scherrer de l'austénite mettent en évidence une importante variation de composition de cette phase depuis la valeur initiale de 1,2 % C jusqu'à la valeur de 2,03 % obtenue en utilisant la relation :

$$a_0 = 3,539 + 0,048 \% C$$

établie, dans notre propre laboratoire, par A. Pianelli et B. Closset (58)

Note relative au dosage radiocristallographique du carbone en solution dans l'austénite.

Roberts (59) donne la relation empirique :

$$a_0 = 3,555 + 0,044 \% C$$

et Zwell (60)

$$a_0 = 3,572 + 0,033 \% C$$

pour les valeurs a_0 du paramètre cristallin de l'austénite à la température ambiante.

Closset et Pianelli (58) qui ont fait d'importantes corrections du profil des pics de diffraction donnés par leur montage de goniomètre à

compteur associé à un monochromateur à lame de quartz courbe donnent l'expression :

$$a_0 = 3,539 + 0,048 \% C$$

Les valeurs de la teneur en carbone que donnent respectivement ces trois expressions sont :

Roberts	1,85 %
Zwell	1,95 %
Closset	2,04 %

Si l'on veut tenir compte du silicium (61), on obtient, à partir de la relation de Closset :

$$a_0 = 3,539 + 0,048 \% C - 0,0016 \% Si$$

Ce qui donne pour la teneur de l'austénite finale :

$$\% C = 2,10$$

Cette valeur est pratiquement confondue avec celle que G. Papadimitriou (62) (63) a obtenue par spectrométrie Mössbauer.

Il faut observer que la teneur initiale de l'austénite en carbone, soit 1,2 %, s'éloigne un peu de la teneur moyenne de notre alliage, soit 1,5 %. Cela est dû à la présence de 4 % de silicium qui limite effectivement à 1,2 % la teneur limite en carbone par réduction de la surface du domaine de stabilité de la phase γ (37) (64). L'excès de carbone que contient notre alliage se trouve sous la forme de silico-carbure de Marles (65) et de légères traces de graphite.

A la fin de la première étape, l'austénite est donc fortement sursaturée en carbone. La finesse des pics 200 et 111 enregistrés sur les diagrammes des figures 13 et 14 en témoigne. Nous avions pensé tout d'abord que cette austénite ne contenait pas de silicium et serait seulement saturée en carbone. Il n'en est rien car l'analyse à la microsonde de Castaing donne des teneurs en silicium égales à la teneur moyenne de 3,9 % aussi bien dans l'austénite que dans la ferrite. Il s'agit donc comme nous venons de l'affirmer d'une véritable sursaturation en carbone seul.

Nous n'avons pu observer de carbures ni par diffraction des rayons X ni même par microscopie électronique et microdiffraction des électrons. Nous avons en effet attaqué nos alliages à différentes profondeurs à l'aide de nital à 40 %. A aucun niveau nous n'avons observé de carbures. La matrice se dissolvait de façon uniforme. Le fait de la sursaturation en carbone de la matrice

austénitique est ainsi confirmé. Cette constatation nous a fait penser à la courbe de Zener (*figure 15*). On sait que cette courbe représente les états hors d'équilibre de mélanges $\gamma + \alpha$ au-dessous de la température eutectoïde. Les variations de la température de début de transformation en fonction de la teneur en carbone de la phase γ à proximité immédiate de l'interface γ/α sont représentées par une courbe située dans le prolongement de la courbe d'équilibre $\gamma \longrightarrow \gamma + \alpha$ située, elle, au-dessus du palier eutectoïde. Zener (66) a montré que le facteur rayon ρ de la particule de ferrite formée a une grande influence et il a tracé la courbe qui serait valable pour une valeur de ρ voisine de 15 Å. Cette courbe est plus basse que la précédente pour les teneurs en carbone inférieures à 16 % et tend vers elle pour les teneurs supérieures. On voit que sur cette courbe notre température de maintien bainitique de 420°C correspond très sensiblement à la teneur pondérale de 2,1 % C (8,5 at. % C). Il s'agirait donc bien d'une sursaturation de l'austénite en carbone.

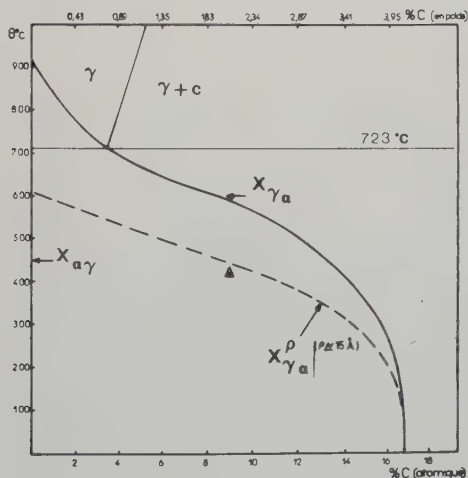


FIGURE 15

Courbe de Zener.

Symboles utilisés

$X_{\gamma\alpha}$: fraction atomique de carbone dans l'austénite à l'interface $\gamma/(\alpha + \gamma)$

$X_{\alpha\gamma}$: fraction atomique de carbone dans la ferrite à l'interface $\alpha/(\alpha + \gamma)$

$X_{\gamma\alpha}^{\rho}$: composition, à l'équilibre, de l'austénite coexistant avec des particules de ferrite de rayon de courbure égal à ρ .

Δ : localisation de nos résultats expérimentaux.

La détermination des points M_s de l'austénite initiale et de l'austénite obtenue à la fin de la première étape apporte une preuve expérimentale directe de cette sursaturation en carbone. Pour l'austénite initiale nous avons obtenu 200°C . Dans le cas de l'austénite de fin de première étape, nous avons obtenu nous-même -120°C et notre collaborateur G. Métauer -130°C .

La première détermination a été effectuée par une méthode micrographique particulièrement longue et délicate. La martensite était identifiée, en présence de quantités massives de ferrite, grâce au phénomène d'inversion de teinte (67) (68) (69). Après avoir porté notre alliage à basse température, nous le ramenions à 100°C puis, après attaque au nital, nous l'examinions en recherchant des plages qui auraient subi une inversion de teinte à la suite du maintien à 100°C . On conçoit combien une telle méthode par approche systématique peut être laborieuse.

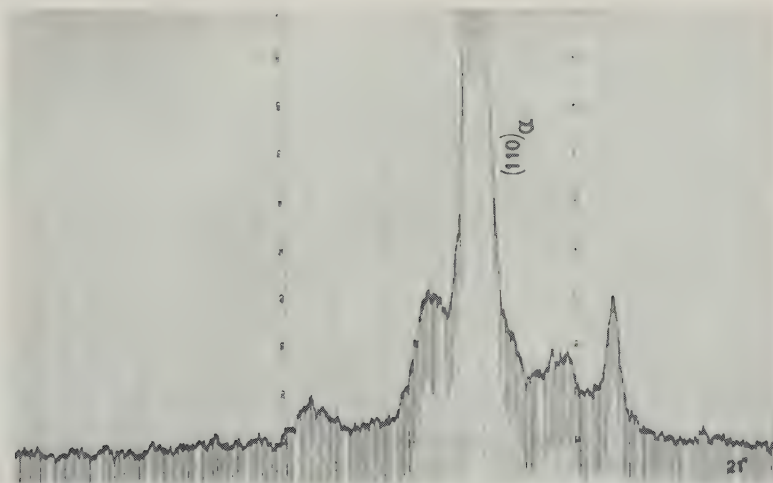
G. Métauer (70) a repris cette recherche en utilisant le dilatomètre différentiel de B. Mignot (71) mis au point tout récemment au laboratoire et spécialement adapté à la détermination de M_s .

Rappelons que Pomey et Deliry avaient situé à -100°C le point M_s d'une austénite enrichie à 1,66 % C (35) et (36). Ils avaient utilisé l'analyse thermomagnétique comme moyen de détection de l'apparition de la martensite.

L'austénite enrichie en carbone est donc stable dans un domaine de températures compris entre -120 et $+470^{\circ}\text{C}$. Dorénavant nous l'appellerons "austénite stabilisée" et la représenterons par le symbole (γ) entre parenthèses. De même, le symbole (α) représentera la ferrite issue de la première étape alors que nous représentons par γ l'austénite initiale et par α la ferrite résultant du vieillissement de (α) . Avec ces notations, la première étape de la transformation bainitique s'écrit :



a



b

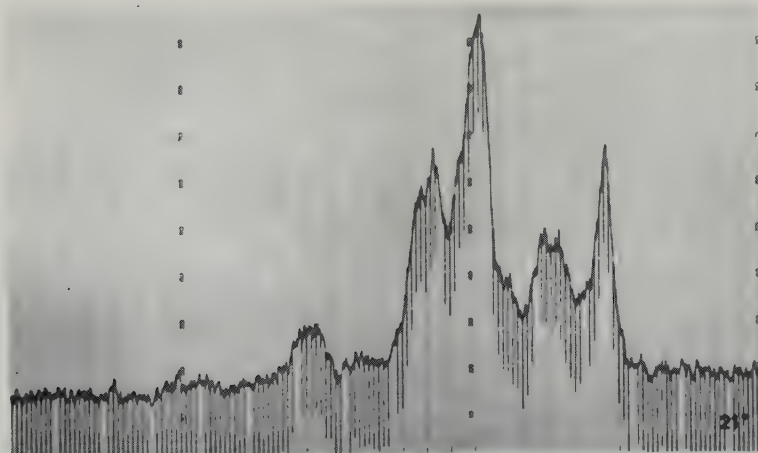


FIGURE 16

Diffractogrammes effectués :

- a) - sur échantillon massif : α = ferrite
- b) - sur les carbures extraits de l'échantillon massif.

*L'échantillon a subi un maintien bainitique de 44 heures à 420°C
(Alliage A : γ 1135°C à 1,17 % C et 3,9 % Si)*

Nous nous permettons de faire observer que notre travail met en évidence, pour la première fois, qu'il est possible d'obtenir, par traitement bainitique d'un alliage Fe-C-Si de type hypereutectoïde, une structure biphasée austénite + ferrite.

2 - Structure à la fin de la deuxième étape

Nous avons vu que la structure micrographique de nos alliages à la fin de la deuxième étape est très différente de toutes les structures connues. Nous avons donc essayé d'identifier par analyse radiocristallographique et la structure de la matrice et celle des carbures qu'elle renferme. Les clichés de la figure 16 représentent des diffractogrammes effectués d'une part sur l'alliage massif (figure 16 A), d'autre part sur un extrait obtenu par dissolution sélective dans le nital à 40 %. La matrice est ferritique comme le montre la présence des réflexions $(110)_\alpha$, $(200)_\alpha$, $(211)_\alpha$, sur le diffractogramme complet.

Les seules réflexions dues aux carbures qui soient observables se trouvent sur la figure 16 B. On voit qu'elles sont très larges dès les petits angles ce qui montre la finesse de cristallisation des carbures. D'autre part, elles n'ont rien de commun avec les réflexions caractéristiques de la cémentite, du carbure ϵ et du carbure χ (ou de Hägg). La fragilité thermique de ces carbures qui se transforment dès 500°C en cémentite nous interdit de les faire coalescer par chauffage. Nous montrerons au chapitre V, grâce à la microscopie électronique et surtout à la microdiffraction des électrons sur lames ultraminces, qu'il s'agit en réalité de deux carbures dont l'un, le carbure de Konoval est actuellement connu.

Pour l'instant, nous représenterons donc symboliquement la réaction qui constitue la deuxième étape de notre transformation :



CHAPITRE III

ETUDE EXPERIMENTALE DE LA PREMIERE ETAPE

I - ETUDE DE L'EVOLUTION DE L'ALLIAGE A ($\gamma_{initial}$ à 1,17 % C et 3,9 % Si)

1 - Etude micrographique

Ayant déterminé avec assez de précision la durée de maintien nécessaire pour atteindre la fin de la première étape, nous avons observé les structures à différents stades de leur évolution. Nous avons groupé sur la Planche I quelques aspects micrographiques qui permettent de suivre l'avancement de la réaction pendant cette première étape.

La transformation bainitique démarre aux joints de grains et sur certains défauts de l'austénite mère. Il faut noter que le nombre de particules disposées parallèlement à l'interface des grains est faible (planche I *figure a*) tandis que la formation des plages ferritiques à partir du joint est à la fois unidirectionnelle et discontinue.

Au bout de 15 minutes (planche I *figure b*), les plages ferritiques dont une extrémité est très voisine d'un joint d'austénite se sont

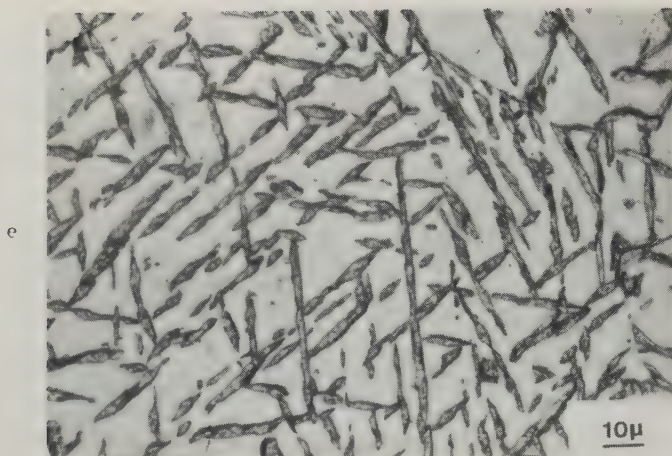


PLANCHE I

Evolution, en fonction de la durée de maintien t , de la structure de l'alliage A au cours de la première étape de la transformation bainitique. La ferrite apparaît sombre.

- a) $t = 5 \text{ min}$
- b) $t = 15 \text{ min}$
- c) $t = 20 \text{ min}$
- d) $t = 45 \text{ min}$
- e) $t = 195 \text{ min}$

agrandies et d'autres îlots d'aspect cellulaire sont apparus amorçant la formation d'une structure aciculaire.

Après 20 minutes de maintien (planche I *figure c*), les cellules formées tout au début ont tendance à s'assembler pour constituer un réseau ferritique où l'on remarque des directions privilégiées. Simultanément de nouvelles cellules se forment puis se développent. La ferrite est en majeure partie sous une forme qui prépare la forme aciculaire. Sur cette micrographie, nous avons volontairement prolongé l'attaque pour révéler nettement la structure de la matrice. Cette dernière est formée non seulement de minces plages d'austénite enrichie mais aussi des zones de martensite et d'austénite résiduelle résultant de la trempe de l'austénite-mère.

Au bout de 45 minutes (planche I *figure d*), la structure a pris son aspect de type Widmanstätten. De nouvelles cellules continuent à se multiplier dans les mêmes directions, ce qui assure la croissance de chapelets qui s'alignent pour former les éléments du réseau de Widmanstätten. Ces chapelets sont formés de petites lentilles de ferrite plus ou moins accolées, mais nous sommes à la limite de résolution du microscope optique. Le microscope électronique nous a permis de résoudre parfaitement cette structure.

L'aspect définitif de la structure à l'issue de la première étape est atteint après 195 minutes de maintien. La ferrite forme un réseau de type Widmanstätten constitué par des chapelets résultant de l'alignement de sous-unités lenticulaires dont les axes ne sont pas parallèles à la direction du chapelet. La largeur de ce dernier reste à peu près constante sur toute sa longueur. Cette remarque est très importante car elle souligne la différence entre cette structure et la véritable structure de Widmanstätten que l'on rencontre dans les aciers hypoeutectoïdes. Les plages ferritiques sont dans ce dernier cas

composées de grains équiaxes dont la taille diminue dans la direction de croissance ce qui entraîne une diminution progressive de la largeur des aiguilles. Il faut remarquer en outre que l'intersection de deux alignements d'îlots interrompt la croissance d'un seul d'entre-eux. Nous n'avons pas procédé à des expériences de relief car dans le cas de la transformation bainitique, les nombreuses discussions sur leur interprétation n'ont jamais conduit, à notre avis, à des conclusions sûres (72).

2 - Etude de l'avancement de la transformation dans l'alliage A

Nous avons suivi l'apparition progressive de la ferrite en effectuant son dosage par micrographie quantitative. La figure 17 présente nos résultats dont la transformée $\log \log \frac{1}{1-x} = f(\log t)$ se trouve sur la figure 18. On voit que cette transformée est composée de deux parties linéaires qui se coupent au temps $t = 20$ mn. L'anomalie qui apparaît sur la figure 17 a donc une véritable signification physique.

Puisque la transformée de la figure 18 présente deux portions linéaires de pentes différentes, l'exposant n de la loi de Johnson et Mehl (73)

$$x = 1 - \exp (- kt)^n$$

possède deux valeurs différentes.

Dans la région A, c'est-à-dire pour $x < 0,4$, on a $n = 1,35$ et dans la région B c'est-à-dire pour $x > 0,4$ $n = 0,65$.

La limite $t = 20$ mn $x = 0,4$ entre ces deux régions paraît, d'après la planche I, séparer la phase de formation de germes insulaires de la phase de croissance de chapelets alignés qui constituent finalement le réseau

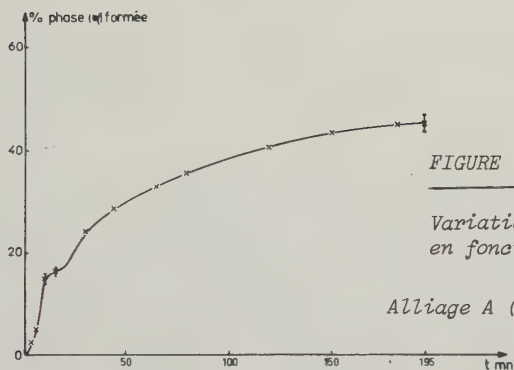


FIGURE 17

Variations de la proportion de la phase (α)
en fonction de la durée de maintien à 420°C.

Alliage A ($\gamma_{1135^\circ\text{C}}$ à 1,17 % C et 3,9 % Si).

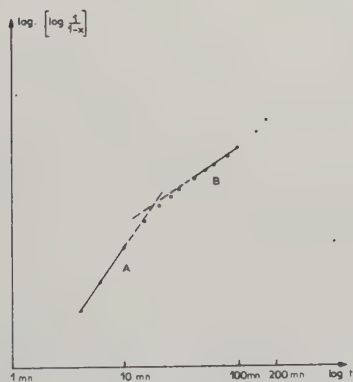


FIGURE 18

Transformée $\log.\log = f(\log t)$ de la courbe
de la figure 17.

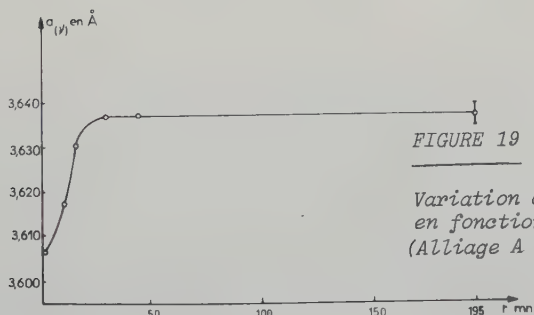


FIGURE 19

Variation du paramètre de l'austénite enrichie
en fonction de la durée de maintien à 420°C
(Alliage A : $\gamma_{1135^\circ\text{C}}$ à 1,17 % C et 3,9 % Si)

de type Widmanstätten. Il n'y a pas une transition brutale entre ces deux périodes de la transformation. En particulier, des chapelets déjà bien développés apparaissent après 5 minutes (planche I *figure a*) et surtout après 15 minutes (planche I *figure b*) de maintien.

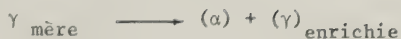
La proportion de ferrite formée à la fin de la première étape est de 46 % (*figure 17*). Nous avons montré au chapitre II que la teneur en carbone de l'austénite enrichie est de 2,1 %. Un calcul simple montre que la teneur en carbone de la ferrite est de 0,10 %. Cette ferrite est donc sursaturée en carbone. Des expériences de vieillissement de la ferrite que nous décrirons au chapitre V confirment ce fait.

3 - Mise en évidence, par analyse radiocristallographique de l'enrichissement en carbone de l'austénite de l'alliage A.

Une étude par diffraction des rayons X nous a permis d'observer l'enrichissement progressif de l'austénite. En effet, au fur et à mesure de l'avancement de la réaction baintique, on voit apparaître de nouvelles raies dont la position angulaire varie puis se stabilise. L'intensité de ces raies ne commence à croître fortement que lorsqu'elles ont atteint la position finale. En particulier, le pic $(111)_{(\gamma)}$ est situé devant le pic $(111)_{\gamma}$ de l'alliage dans son état initial. On peut faire la même observation sur les couples de raies suivants comme $(200)_{(\gamma)} - (200)_{\gamma}$, $(220)_{(\gamma)} - (220)_{\gamma}$

L'austénite en cours d'enrichissement possède des raies situées à des angles de diffraction plus petits que ceux de l'austénite initiale. Dès que la raie $(111)_{(\gamma)}$ a atteint sa position définitive et que son intensité devient importante, on voit disparaître progressivement les raies caractéristiques du mélange austénite initiale-martensite. Simultanément, la raie $(110)_{(\alpha)}$ de la ferrite apparaît progressivement. On peut encore schématiser cette

transformation à 420°C :



Après trempe à - 5°C, on observera α' ; γ ; (α) ; (γ) : la teneur de (γ) en carbone croît avec le temps de 1,2 % à 2,1 %. On déduit de ces observations que l'austénite ne s'enrichit pas brutalement mais progressivement. La courbe d'enrichissement présentée sur *la figure 19* montre que l'austénite en cours d'enrichissement atteint sa teneur maximale en carbone après un maintien de 25 minutes à 420°C. Cela ne veut pas dire qu'au bout de ces 25 minutes toute l'austénite initiale s'est enrichie puisqu'en fait on a deux austénites d'une part, l'austénite-mère qui se transforme partiellement en martensite au retour à - 5°C et, d'autre part, l'austénite enrichie qui ne se transforme pas par trempe à - 5°C. Nous n'avons à aucun moment observé un élargissement notable des raies en cours ou en fin d'enrichissement. A un instant donné, il existe seulement deux austénites de compositions différentes. La plus pauvre en carbone se décompose, suivant un mécanisme que nous précisons plus loin, en cédant finalement la majeure partie de son carbone à l'austénite déjà plus riche. Lorsque la saturation des zones enrichies est atteinte, au bout de 20 minutes d'après *la figure 19*, d'autres zones s'enrichissent : puisque la transformation continue à avancer de plus en plus lentement comme le montre *la figure 17*.

Notons que cette durée de 20 minutes correspond exactement au passage du processus A (*figure 18*) de formation de germes insulaires (planche I) au processus B (*figure 18*) de croissance des chapelets alignés qui formeront la structure de Widmanstätten.

Ces résultats sont également en bon accord avec ceux de l'étude dilatométrique. Nous avons reproduit sur *la figure 20a* les variations de l'angle β

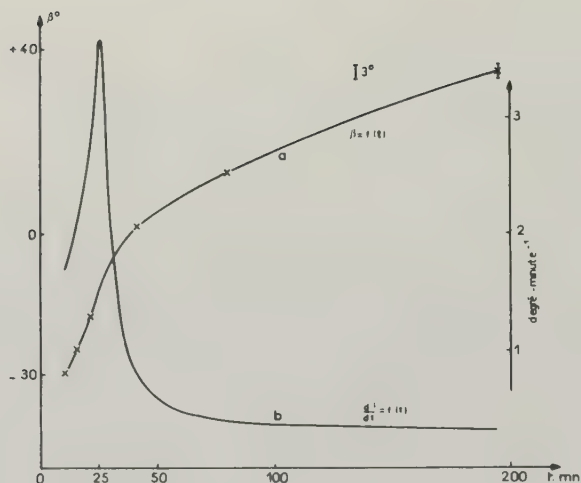


FIGURE 20

Variations de la pente de la partie linéaire des courbes de dilatométrie en température croissante et de sa dérivée en fonction de la durée de maintien à 420°C

Alliage A ($\gamma_{1135^\circ\text{C}}$ à 1,17 % C et 3,9 % Si)

entre la partie linéaire des courbes dilatométriques et l'axe des températures. On discerne un point d'inflexion dont l'étude de la courbe dérivée (figure 20b) confirme l'existence. Ce point d'inflexion est situé à 25 minutes. Ce résultat basé sur notre étude dilatométrique est valable puisque la zone linéaire n'existe qu'en présence d'austénite enrichie ou en cours d'enrichissement. En outre la présence de ferrite associée est liée directement à la production d'austénite enrichie ; la pente représente l'avancement de la réaction.

En conclusion, dans cet alliage, l'austénite ne subit pas un enrichissement brutal mais un enrichissement assez progressif. Le maximum est atteint après 25 minutes de maintien bainitique et le taux reste ensuite constant jusqu'à la fin de la première étape. Remarquons également qu'il ressort des observations dilatométriques et micrographiques que la transformation paraît avoir une évolution différente après ce temps.

4 - Evolution de la macrodureté de l'alliage A

La courbe de la figure 21 représente les variations de la dureté mesurée après retour à la température ambiante dans les conditions précédemment décrites. Toutes les mesures ont été faites dans un délai de moins de 24 heures après l'arrêt brutal de la réaction. La dureté mesurée est celle de l'ensemble (α), (γ), α' , γ , qui évolue de la structure "martensite-austénite résiduelle" provenant de l'austénite initiale à la structure "ferrite bainitique-austénite enrichie" de la fin de la première étape. Après trempe martensitique, la dureté a un ordre de grandeur correct pour un alliage contenant 1,20 % C et 3,9 % Si dont le point M_s est situé aux environs de 200°C. On ne voit d'ailleurs pas beaucoup d'austénite résiduelle par diffraction des rayons X. Après maintien bainitique de 195 minutes, la dureté tend vers une valeur minimale qui correspond à la structure ferri-to-austénitique. Cependant, entre ces deux temps extrêmes, elle diminue très vite au départ jusqu'à la 20ème minute puis plus lentement et de façon sensiblement constante entre la 20ème et la 120ème minute et très lentement entre la 120ème et la 195ème minute. L'étude dilatométrique et l'observation

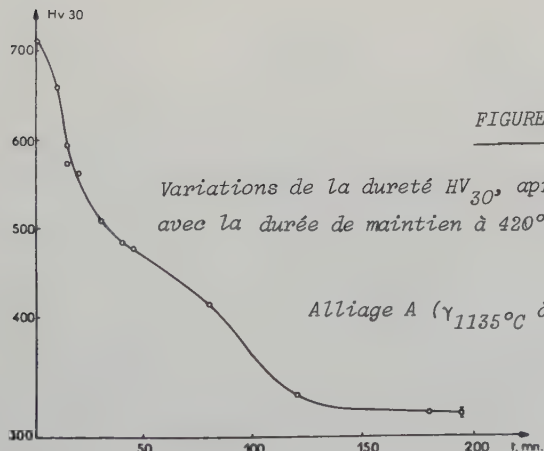


FIGURE 21

Variations de la dureté HV_{30} , après retour à la température ordinaire, avec la durée de maintien à 420°C

Alliage A ($\gamma_{1135^{\circ}C}$ à 1,17 % C et 3,9 % Si)

Mesures effectuées dans les 24 heures suivant l'arrêt du maintien bainitique

aux rayons X à la fin de la première étape nous montrent la présence d'une austénite enrichie dont le taux de carbone est de 2 % environ. Ce taux n'est pas atteint brutalement mais seulement au bout des 25 minutes qui correspondent au ralentissement de la variation de dureté. L'hypothèse que nous formulons est basée sur les déductions suivantes (*figure 22*).

L'austénite enrichie (a) est localisée entre la cellule de ferrite bainitique (b) d'une part et l'austénite-mère non encore transformée d'autre part (c).

- Le processus d'enrichissement entraîne une augmentation de volume de la phase (γ) qui crée des contraintes à l'interface austénite enrichie austénite-mère. Cette région (d) est le siège d'un gradient de concentration très élevé puisque le passage austénite enrichie austénite-mère (e) est très brutal : on n'observe jamais en effet d'austénite de paramètre cristallin intermédiaire. Evidemment, les contraintes localisées dans la zone à fort gradient de composition sont d'autant plus élevées que le taux d'enrichissement est plus proche de sa valeur maximale. En conséquence lorsqu'on revient à la température ambiante en interrompant la transformation par une trempe brutale, il est plus difficile de conserver cette austénite-mère soumise à des contraintes (e) que celle qui est éloignée de toute lentille ferritique (f). La valeur maximale de la dureté, à 50 minutes, correspond à l'instant où les zones d'austénite-mère et d'austénite enrichie sont sensiblement de même importance. La décroissance de cette dureté au delà du maximum s'explique par la disparition progressive de la martensite de trempe provenant de l'austénite-mère dont la quantité s'amenuise. Cet effet l'emporte sur celui qui résulte de la multiplication des zones de contraintes. La dureté n'est évidemment qu'un aperçu macroscopique de la structure. Au fur et à mesure que la transformation bainitique avance, la dureté devient de plus en plus représentative du mélange (a) - (γ). Il ne faut pas oublier que les plages d'austénite enrichie sont également comprimées. A la fin de la première étape, toute la structure (γ)

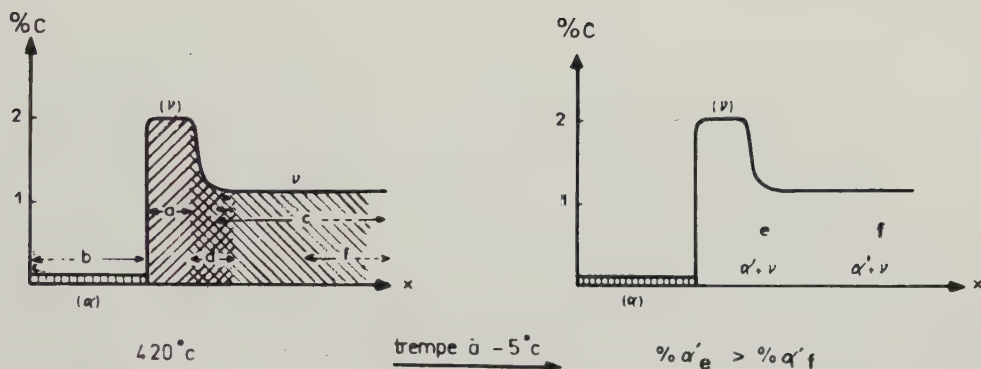


FIGURE 22

Essai d'interprétation de l'évolution de la dureté due à l'apparition de l'austénite (γ)

Alliage A ($\gamma_{1135^{\circ}\text{C}}$ à 1,17 % C et 3,9 % Si)

emprisonnée dans le réseau ferritique est le siège de contraintes importantes dont nous verrons l'importance dans l'étude par microscopie électronique.

5 - Influence de la température de maintien bainitique sur l'évolution de l'alliage A.

Nous avons montré qu'il faut un maintien de 195 minutes à 420°C pour observer seule la structure "ferrito-austénitique" qui correspond à la transition entre les deux étapes. S'il est évident que ce temps dépend de la température de transformation bainitique, il reste néanmoins une grande incertitude quant à la gamme de températures dans laquelle on observe ce type d'évolution. Nous avons procédé à toute une série d'expériences basées sur la dilatométrie, la dureté et la diffraction des rayons X après des maintiens de diverses

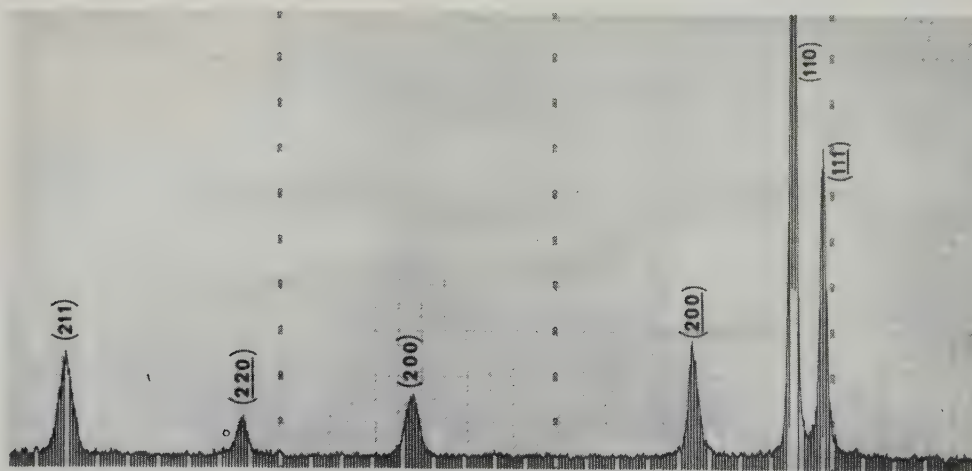
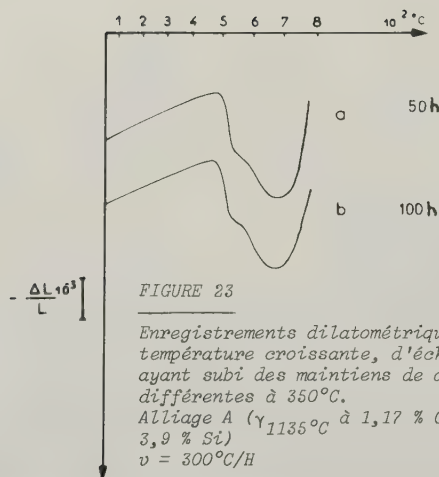


FIGURE 24

Diffractogramme effectué sur un échantillon ayant subi un maintien bainitique de 100 heures à 350°C. Surface légèrement attaquée à l'acide chromique.

Alliage A ($\gamma_{1135^\circ\text{C}}$ à 1,17 % C et 3,9 % Si)

$hkl = c.c$

$hkl = c.f.c$

durées à des températures différentes de 420°C. Nous avons pu ainsi montrer que les phénomènes restent les mêmes entre les températures de 460°C et 350°C qui sont précisément les températures de la partie supérieure de la détermination bainitique des courbes TTT. La limite supérieure est celle où l'on voit apparaître les carbures. En effet, la première et la deuxième étape se superposent et si l'on observe encore un minimum de dureté il est situé à une valeur relativement élevée de 350 à 380 H_V^{30} après un maintien très court à 450°C. Par contre, à 350°C, un maintien de 100 heures n'est pas suffisant pour pouvoir observer le démarrage de la précipitation des carbures. D'après les enregistrements dilatométriques de deux échantillons restés respectivement pendant 50 heures (a) et 100 heures (b) à cette température (figure 23), il n'y a pas de variation de pente reflétant une réaction en cours. De plus, un diffractogramme (figure 24) précise que l'austénite est enrichie à un taux de l'ordre de 2 %. Entre 350 et 450°C la réaction s'étale : la première étape devient d'autant plus longue que la température de maintien isotherme est plus basse. L'étape de précipitation des carbures a de plus en plus de difficultés à s'amorcer. La limite supérieure correspond à la température T_0 (figure 25),

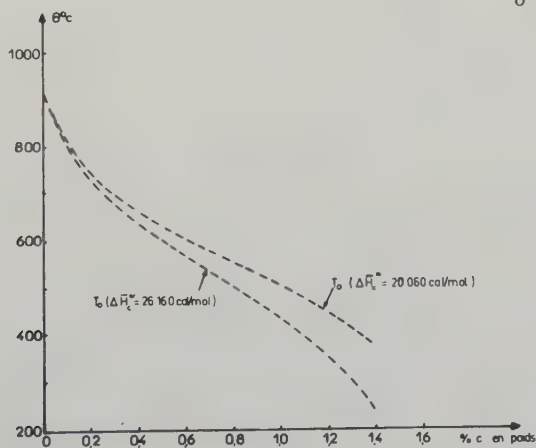


FIGURE 25

Alliage Fe - C : Limites probables, inférieure et supérieure, de la température T_0 (42) (9)

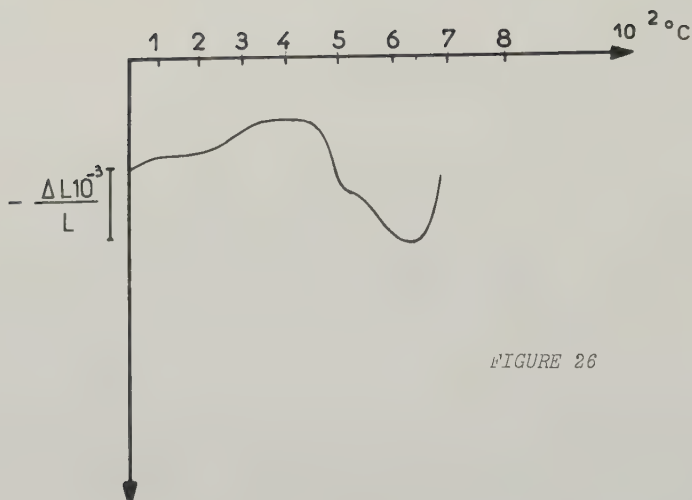


FIGURE 26

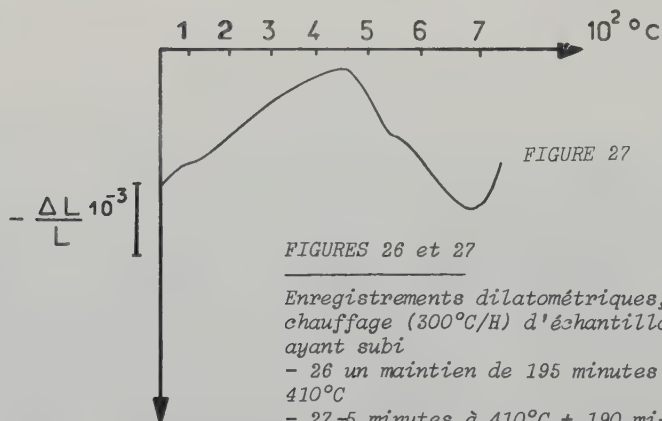


FIGURE 27

FIGURES 26 et 27

Enregistrements dilatométriques, au chauffage ($300^\circ\text{C}/\text{H}$) d'échantillons ayant subi

- 26 un maintien de 195 minutes à 410°C

- 27 5 minutes à 410°C + 190 minutes à 420°C

Alliage A ($\gamma_{1135^\circ\text{C}}$ à 1,17 % C et 3,9 % Si)

de l'alliage considéré, à laquelle $\Delta F_{\gamma \rightarrow \alpha} = 0$ (avec $\Delta \bar{H}_C^\alpha = 20.060 \text{ cal./mole}$) (9). Rappelons que c'est également à $450 - 470^\circ\text{C}$ qu'est située l'intersection des deux déterminations de la courbe TTT (I). La valeur de 350°C coïncide avec la température qu'il est classique de considérer comme la température limite inférieure d'une transformation bainitique dans d'autres alliages (74). Le facteur température est donc un paramètre très important aux variations duquel les phénomènes sont extrêmement sensibles. C'est ainsi qu'à 410°C (*figure 26*) la première étape est très loin d'être terminée après un maintien de 195 minutes à cette température. A l'opposé pour les températures supérieures à 420°C , par exemple pour la température de 450°C , la durée de maintien nécessaire pour atteindre la fin de la première étape est de quelques minutes seulement. Nous avons également procédé à l'expérience suivante : après avoir trempé et maintenu à 410°C pendant 5 minutes, nous avons brutalement remis l'échantillon dans un autre bain à 420°C pendant 190 minutes. La *figure 27* qui met en évidence la présence de martensite indique que le fait d'avoir trempé initialement à 410°C entraîne un très léger retard dans la première étape.

C'est la raison pour laquelle nous avons toujours enregistré la température pendant les quelques heures de maintien et ses fluctuations étaient de l'ordre du degré seulement. En outre, la structure ferrito-austénitique totalement dépourvue de carbures se maintient à 420°C pendant un laps de temps de l'ordre de 10 minutes. Tout retard ou toute avance dû aux légères fluctuations de température que nous avons enregistrées reste nettement inférieur à ces 10 minutes.

6 - Facteurs entraînant l'évolution de la structure à la température ambiante

a) - Durée de maintien à 20°C

A la suite d'une recherche sur un durcissement éventuel de l'agrégat ferrito-austénitique au cours de son maintien à la température ambiante, nous

avons été amené à mesurer à nouveau les duretés de divers échantillons que nous avons traités quatre mois auparavant. La figure 28 permet de comparer les courbes $H_{V_{30}} = f(t)_{420^{\circ}\text{C}}$ obtenues respectivement 24 heures et 4 mois après la trempe interrompant le maintien bainitique. On voit en premier lieu, que ces courbes s'écartent notablement l'une de l'autre ($90 H_{V_{30}}$) pour les durées de maintien comprises entre 20 et 100 minutes. Par contre, elles coïncident pratiquement au début et à la fin du maintien. Nous avons noté sur la figure 28 les phases observées après trempe à la température ambiante pour les différentes durées de maintien bainitique. On ne voit aucune possibilité d'évolution de ces phases puisque leur dureté reste constante lorsqu'elles ont été obtenues au début ou à la fin du maintien. Des courbes dilatométriques en température croissante (figure 29), tracées sur le même alliage maintenu à 420°C puis trempé après un séjour de 24 heures (courbe 1) puis de 4 mois (courbe 2) à la température ambiante, permettent de comprendre ce phénomène : il s'est formé à la température ambiante un peu de martensite à partir de l'austénite γ non stabilisée.

b) - Degré d'avancement de la réaction $\gamma \rightarrow (\alpha) + (\gamma)$

L'examen de la figure 28 montre que ce facteur est effectivement très important. Nous expliquons son influence d'une part par l'appauvrissement progressif en austénite-mère γ au fur et à mesure que sa transformation avance, d'autre part par l'influence évidente de l'austénite stabilisée (γ) sur cette transformation. On voit en effet qu'en l'absence d'austénite stabilisée ($t < 10 \text{ mn.}$), l'austénite-mère ne subit pratiquement aucun durcissement par transformation martensitique isotherme à la température ambiante. Ce sont les contraintes à l'interface $\gamma/(\gamma)$ qui sont responsables de la transformation martensitique isotherme lente : au-delà de 10 minutes, elle s'amorce de façon très nette ; elle passe par un maximum 40 minutes après, lorsque les proportions d'austénite stabilisée et d'austénite-mère sont sensiblement égales et elle devient pratiquement nulle lorsque l'austénite-mère a pratiquement disparu.

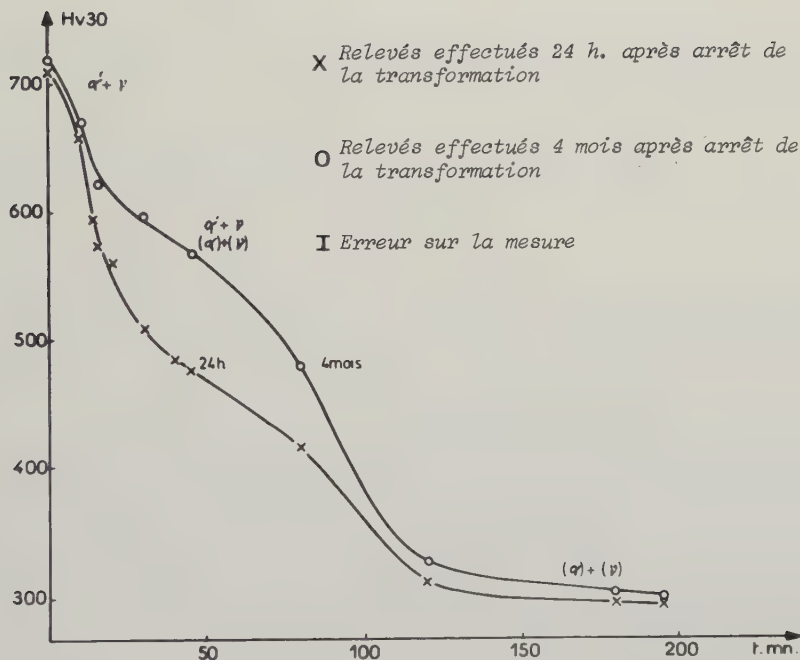


FIGURE 28

Variations de la dureté en fonction de la durée de maintien isotherme (420°C)

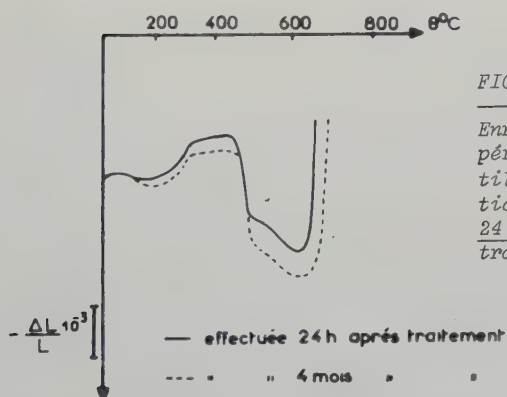


FIGURE 29

Enregistrements dilatométriques en température croissante ($v = 300^{\circ}\text{C}/\text{H}$) échantillons ayant subi un maintien bainitique de 45 minutes à 420°C (Alliage A), 24 h après traitement et 4 mois après traitement.

Nous retrouvons le rôle des contraintes à l'interface $\gamma/(\gamma)$ que nous avons déjà invoqué pour expliquer la courbe 24 h. (III. I.4).

Ce type de phénomène justifie notre souci d'effectuer les mesures de dureté après une durée de séjour parfaitement constante à la température ambiante.

II - INFLUENCE DE DIFFERENTS FACTEURS SUR LA PREMIERE ETAPE

1 - Taux de carbone initial

Après cette étude préliminaire de la première étape effectuée sur l'alliage A de composition 1,5 % C, 3,9 % Si, nous avons examiné d'autres alliages à teneur en carbone plus faible mais cependant encore hypereutectoïdes dont les compositions étaient les suivantes :

B	1,02 % C	3,9 % Si
C	0,82 % C	3,93 % Si
D	1,08 % C	3,85 % Si
E	1,10 % C	3,90 % Si

Nous avons procédé au même traitement thermique pour ces quatre alliages que pour l'alliage A. Nous avons relevé l'existence de la première et de la deuxième étape dans tous ces alliages mais il faut noter que les durées de maintien nécessaires pour obtenir la structure ferrito-austénitique sont assez différentes. Nous avons pu maintenir quasiment constante la teneur en silicium. Le facteur agissant sur la durée de la première étape est donc la teneur en carbone. La figure 30 montre que la diminution de la teneur en carbone réduit considérablement d'abord (A.B) puis plus lentement la durée de la première étape. Nous avons vérifié dans tous les cas que la structure

finale était constituée uniquement des structures (α) et (γ) sans la moindre trace de carbures. Le rapport (α) (γ) est d'autant plus élevé que le taux de carbone initial est plus faible. Cependant, dans tous ces alliages, l'austénite s'est enrichie jusqu'à un taux de carbone de l'ordre de 2%.

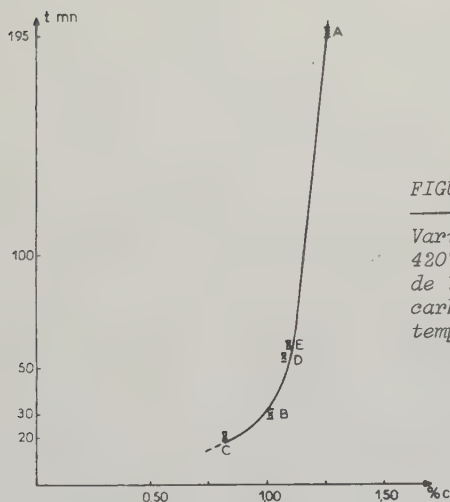


FIGURE 30

Variations de la durée de maintien à 420°C nécessaire pour atteindre la fin de la 1ère étape avec la teneur en carbone de l'austénite de haute température (méthode dilatométrique.)

D'autre part, la première période cinétique devient très courte (chapitre III, I.2). A titre d'exemple, nous n'avons pas pu suivre l'enrichissement de l'austénite en carbone dans l'alliage B car il se produit en moins de cinq minutes après la trempe à 420°C.

Compte-tenu de l'absence de carbures, les facteurs cinétiques à envisager sont les suivants :

- Présence d'austénite enrichie entre la ferrite bainitique et l'austénite-mère entraînant un gradient de composition en carbone.

- Coefficient de diffusion du carbone dans l'austénite-mère D_C^Y d'autant plus grand que le taux de carbone est plus élevé (75).

- La valeur la plus élevée de D_C^Y entraîne une vitesse de drainage du carbone plus faible (76 - 77).

On conçoit donc qu'à un taux de carbone initial plus faible correspond une durée de maintien plus court pour le déroulement de la première étape. Au cours de cette étape la cinétique est liée dans "sa plus grande partie" à la diffusion du carbone dans l'austénite. Mais précisons que par le terme "plus grande partie" nous entendons toute la première étape y compris la deuxième période cinétique (chapitre III, I.2) et non la seule première période dite "accélérée" au sens de Pomey (36) (55).

L'ensemble de ces remarques sur la teneur en carbone initiale montre l'importance de certains détails expérimentaux que l'on aurait tendance à négliger. Notamment, l'austénitisation et l'homogénéisation sous vide permettant d'éviter toute décarburation, jouent un rôle capital. Une perte en carbone à partir de la surface provoque la coexistence de premières étapes de durée différentes et fausse ainsi entièrement les observations. C'est la même raison qui nous a guidé dans le choix de l'appareillage utilisé pour la construction de la courbe TTT (I) par dilatométrie.

Le taux de carbone initial agit également sur la valeur de la température supérieure d'existence de la première étape. Plus le taux est faible, plus cette limite supérieure qui varie de la même manière que T_0 est élevée. Par contre, la température inférieure d'existence de la première étape, de l'ordre de 350°C, est pratiquement indépendante de la teneur en carbone. 100 heures de maintien à cette température ne suffisent pas pour amorcer la décomposition de (γ) (figure 31).

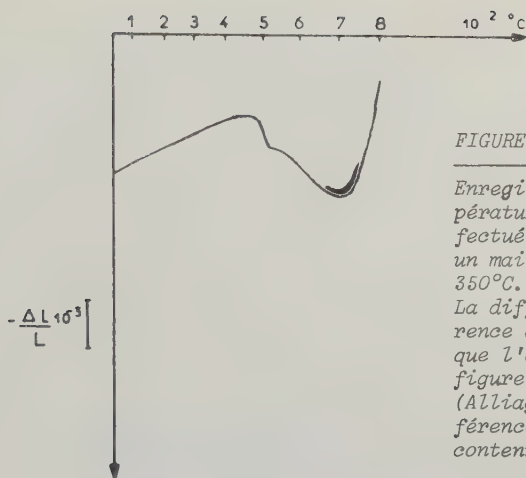


FIGURE 31

Enregistrement dilatométrique en température croissante ($v = 300^\circ\text{C}/\text{H}$) effectué sur un échantillon ayant subi un maintien bainitique de 100 h à 350°C . Alliage B (1,02 % C et 3,9 % Si) La différence de pente et la différence de contraction due à l'austénite que l'on observe sur les courbes des figures 10 - 8 (Alliage A) et 31 (Alliage B) sont causées par la différence de la quantité d'austénite contenue dans ces alliages.

2 - Température d'austénitisation et d'homogénéisation

La grosseur du grain austénitique dépend de la température d'austénitisation. Nous avons vu que la transformation bainitique est liée à l'existence de contraintes localisées autour des cellules ferritiques. Il était donc intéressant de faire varier le nombre de sites de précipitation pour voir si la vitesse de la réaction est modifiée. Nous avons austénitisé divers échantillons de l'alliage B à 1070°C au lieu de 1135°C toutes les autres conditions restant identiques. On observe seulement, à 420°C , un retard dans l'évolution de la première étape. Après 30 minutes de maintien, on a encore une petite quantité de martensite provenant de l'austénite-mère : la réaction est donc légèrement retardée.

3 - Non-ségrégation du silicium

Afin d'expliquer la transformation bainitique, Hultgren (25) a été conduit à distinguer des phases ortho et para-ferritiques qui se différen-

cieraient par le taux d'élément d'alliage qu'elles contiennent. Nous avons examiné en premier lieu l'alliage A parce que dans cet alliage les plages d'austénite enrichie sont plus importantes que dans les autres aciers. Après un maintien de 195 minutes à 420°C un échantillon a été soumis à une analyse à la microsonde de Castaing. Nous n'avons observé aucune ségrégation de silicium dont la teneur est pratiquement identique dans la ferrite bainitique et dans l'austénite enrichie. L'absence de carbures a favorisé cette étude. Nous avons donc pu confirmer dans des conditions plus favorables les travaux d'Aaronson et Domian (78) qui avaient été gênés par la finesse de la structure et par les précipités qu'ils avaient rencontrés. Les autres alliages, pris à la fin de la première étape, à 420°C, ont fourni les mêmes résultats. Une étude de quelques structures ferrito-austénitiques obtenues à d'autres températures nous a permis de montrer qu'il n'y a pas de ségrégation du silicium au cours de maintiens à des températures comprises entre 350°C et 440°C.

III - ETUDE PAR MICROSCOPIE ELECTRONIQUE ET MICRODIFFRACTION DES ELECTRONS DE LA STRUCTURE A LA FIN DE LA PREMIERE ETAPE

1 - Type d'alliage choisi

Pour des raisons pratiques, nous avons utilisé l'alliage "B" (1,02 % C, 3,90 % Si) car pour cet alliage la première étape dure environ 30 minutes à 420°C.

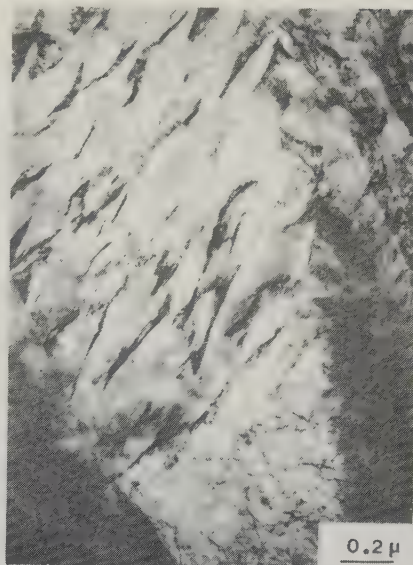
2 - Aspects de la structure bainitique

L'ensemble ferrito-austénitique (*figure 32*) est composé de cellules ferritiques, lenticulaires, plus ou moins recristallisées et d'austénite

*Micrographies électroniques de la structure austénito
ferritique en fin de première étape*



32



33

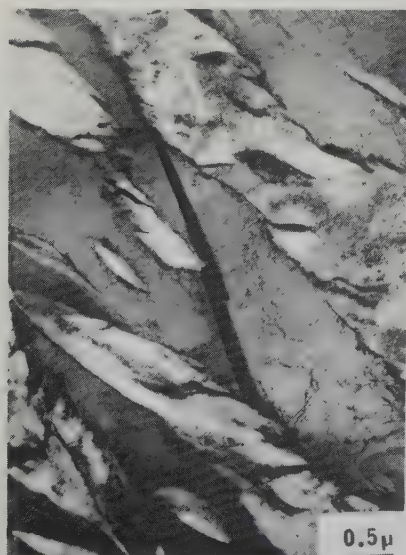
FIGURE 32

La ferrite (α) est constituée de plaques blanches aciculaires et l'austénite enrichie est grise

FIGURE 33

Les lentilles de ferrite bainitique ont même direction apparente et une taille à peu près constante

FIGURE 34



34

La ferrite bainitique contient de nombreuses dislocations. L'austénite enrichie n'est pas déformée.

enrichie. On note également l'absence complète de carbures aussi bien dans la ferrite que dans l'austénite ou aux différents interfaces. Dans le cas où les cellules ne sont pas jointives, on a un aspect très contrasté de l'interface qui, après résolution à fort grandissement, s'avère être un amas assez confus de dislocations et non pas de précipités très fins. Ce fait confirme pleinement toutes les observations précédentes et met en valeur l'influence bénéfique du silicium.

a) - Ferrite

La ferrite a une morphologie assez particulière (*figure 33*). Elle se présente toujours sous forme de lentilles aux extrémités fines. Malgré un début de recristallisation qui se manifeste dans la plupart des cas, on discerne très bien sa forme initiale par un interface plus sombre et on retrouve toujours cet aspect d'indentation. Toutes les cellules ont même direction apparente. Nous n'avons jamais observé de plages ferritiques analogues à celles que l'on rencontre dans les structures hypoeutectoïdes normalisées. Un examen attentif des interfaces (α) - (γ) de *la figure 32* montre que les cellules de base sont très petites. Cela n'est pas toujours vrai mais elles ont toujours la même orientation. La ferrite (*figure 34*) contient de nombreuses dislocations ce qui est conforme aux observations de Nishiyama-Shimizu (18). De plus, nous n'avons jamais observé de macles que ce soit par microscopie ou par microdiffraction des électrons et cela malgré l'étude attentive de nombreuses plages.

On peut remarquer sur *la figure 34* que la croissance des îlots ferritiques ne perturbe pratiquement pas le réseau d'austénite enrichie comme on peut le voir de façon particulièrement claire dans la région où la grande plage grise d'austénite enrichie a été cisailée au moment de l'électrolyse d'ultra-amincissement.

De plus la comparaison des îlots de ferrite apparaissant sur les figures 32, 33, 34 avec la martensite de la figure 35 montre que la ferrite bainitique est totalement différente de la martensite classique qui est maclée. Cependant, nous montrerons un peu plus loin que leurs processus de formation ont bien des points communs.

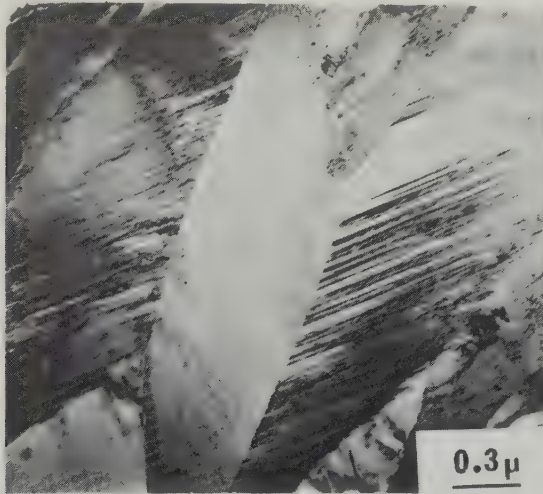


FIGURE 35

Structure martensitique de l'alliage à 1,02 %C et 3,9 Si obtenue par trempe à -5°C . Micromacles de la martensite.

b) - L'austénite enrichie

La phase (γ) ne se présente pas sous le même aspect que l'austénite résiduelle initiale. Une comparaison des réseaux de dislocations est très significative à cet égard (figures 36 et 37).

c) - Croissance aux joints de grains

L'orientation des cellules (α) est différente de part et d'autre d'un joint de grain de l'austénite-mère (figure 38) les îlots ferritiques ne



FIGURE 36

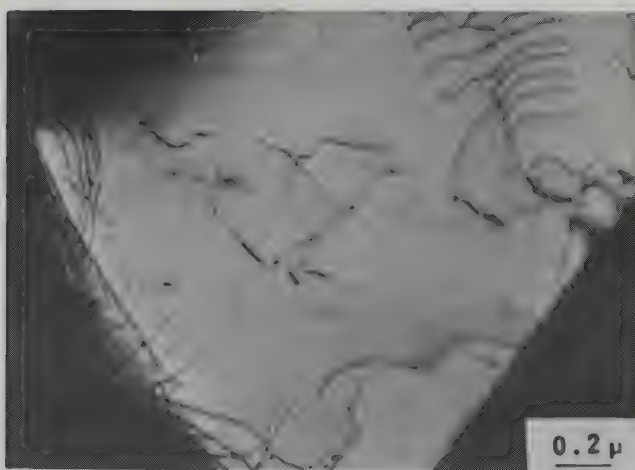


FIGURE 37

Réseaux de dislocations dans l'austénite enrichie (fig. 36) et dans l'austénite non transformée après trempe martensitique (fig. 37).

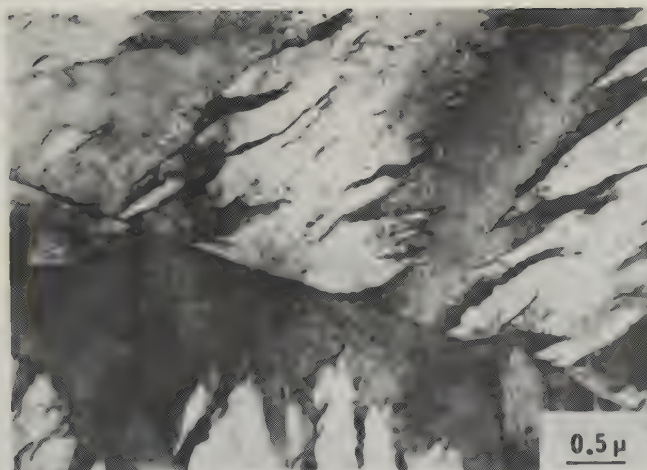


FIGURE 38

Aspect de la structure austénito-ferritique à un ex-joint de grain de la phase austénitique mère.



FIGURE 39

Aspect local d'une structure austénito-ferritique de type "Widmanstätten".

chevauchent jamais ce joint. De plus on peut avoir dans le même grain d'austénite-mère deux directions apparemment différentes qui sont en fait cristallographiquement équivalentes (*figure 39*).

d) - Martensite spontanée

Nous avons parfois observé de la martensite au sein de l'austénite enrichie. Nous avons précédemment noté que la fin de la première étape est déterminée à quelques minutes près et que de ce fait, quelques aiguilles de martensite présentant l'aspect habituel peuvent apparaître. Elles possèdent la structure quadratique. Mais, le plus souvent, on observe dans l'austénite enrichie soit une structure lenticulaire soit une structure en "zig-zag" (*figure 40*). Dans tous les cas étudiés, cet aspect n'a été décelé que dans les zones extrêmement minces des lames. L'étude des clichés de microdiffraction ne permet pas de rattacher cette structure à celle de la martensite telle qu'elle est habituellement décrite. Nous pensons qu'il s'agit plutôt du produit d'une transformation martensitique spontanée déclenchée par l'amincissement électrolytique. Celui-ci provoque un relâchement de contraintes favorisant le cisaillement du réseau (γ). Ce phénomène a d'ailleurs été confirmé lors de l'étude d'austénite saturée en azote dont le point M_s est inférieur à la température ambiante (79) et par Ericksen, Taggart, Blonis dans d'autres alliages (80).

Ces différentes observations conduisent aux conclusions suivantes : on est en présence d'un arrangement de cellules ferritiques dont les différentes unités ont, dans la majorité des cas, une longueur de l'ordre de 1μ . La croissance de ces cellules est discontinue ce qui est conforme aux conclusions d'Oblak et Hehemann (81) : "Les aiguilles bainitiques se développent par nucléation répétée d'une unité de base élémentaire qui se développe jusqu'à une taille limite à une vitesse élevée actuellement inconnue". Ces auteurs pensent également que l'austénite d'enrichit après la



FIGURE 40

Martensité spontanée (en zig-zag sombre dans la plaque grise d'austénite enrichie).

formation de la phase ferritique et ils réfutent "les modèles de croissance par diffusion basés sur la conception de l'avance continue à une vitesse réglée par le transport du carbone dans l'austénite environnante". Dans notre étude nous avons mis en évidence cette "nucléation répétée" qui s'oppose à l'idée de propagation continue d'un interface. Enfin, nous n'avons jamais observé de cémentite pro-eutectoïde ce qui évite toute possibilité d'altération, même locale, des phénomènes par la présence d'une phase formée à des températures supérieures.

3 - Relations d'orientation entre la ferrite bainitique (α) et l'austénite enrichie (γ) (82)

Le fait d'avoir une structure exclusivement ferrito-austénitique nous a permis de déterminer les relations d'orientation entre ces deux phases.

Jusqu'à ce jour peu de travaux ont été effectués sur leur recherche par microscopie électronique. Cependant Smith et Mehl (28) ont montré, à l'aide de figures de pôles, que ces relations sont celles de Wassermann-Nishiyama "W-N" (29) (30) pour la bainite supérieure et celles de Kurdjumov-Sachs "K-S" (31) pour la bainite inférieure. Néanmoins, l'existence de carbures et la finesse des structures a toujours gêné la détermination des relations d'orientation. L'emploi du microscope électronique nous a permis de lever le voile d'autant plus facilement que nous disposons d'une austénite qui ne subit pas de transformation martensitique lors de son retour à la température ambiante.

Il faut noter qu'un cliché de microdiffraction effectué sur un ensemble de cellules ferritiques voisines est identique à celui que l'on fait sur une seule lentille. On observe seulement quelques désorientations caractérisées par un écart angulaire inférieur au degré. Dans tous les cas, l'austénite enrichie garde une orientation constante. La variante de la correspondance de Bain utilisée est :

$$(bCf) = \begin{bmatrix} 1 & \bar{1} & 0 \\ 1 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad \text{et} \quad (fCb) = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 1 & 1 & 0 \\ \bar{1} & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 2 \end{bmatrix}$$

La détermination des relations d'orientation repose sur l'interprétation de 50 clichés parmi lesquels on a retrouvé évidemment plusieurs fois le même type de coupe. Nous avons reproduit sur *les figures 41 a, b, c, d* quelques clichés typiques qui nous ont permis de montrer que les relations d'orientation sont du type Wassermann-Nishiyama, c'est-à-dire :

a

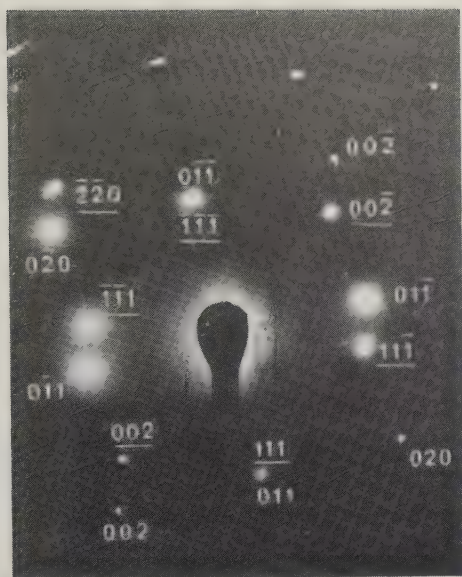


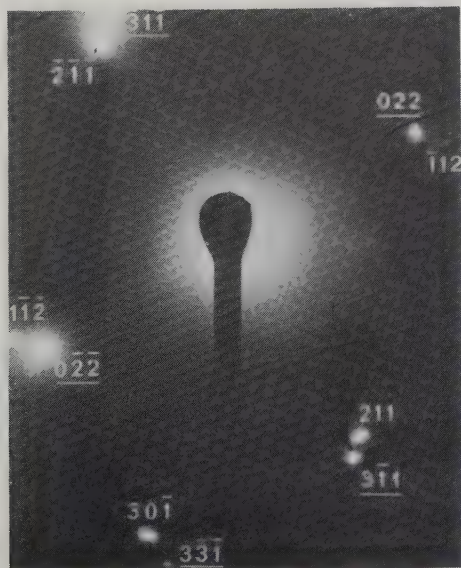
FIGURE 41

Clichés de microdiffraction des électrons de type a, b,
(tableau III)

$hkl = c.c$

$\underline{hkl} = c.f.c.$

b



c

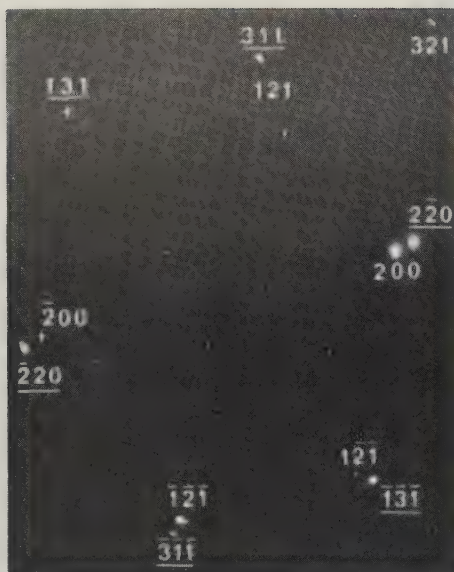
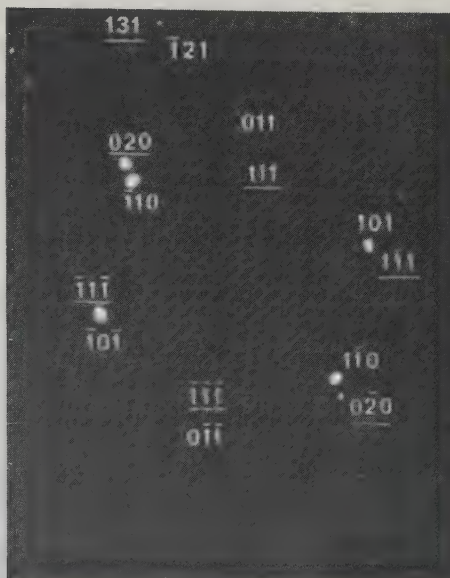


FIGURE 41

Clichés de microdiffraction des électrons de type c, d
(tableau III)

$hkl = c.c$
 $\underline{hkl} = c.f.c.$

d



$$\begin{aligned}
 (111)_{\text{cfc}} // (011)_{\text{cc}} \\
 [\bar{1}\bar{1}2]_{\text{cfc}} // [0\bar{1}1]_{\text{cc}} \\
 [1\bar{1}0]_{\text{cfc}} // [100]_{\text{cc}}
 \end{aligned}$$

Le stéréogramme "W-N" est illustré par la figure 42. Le tableau III montre que les écarts angulaires entre les valeurs expérimentales et les valeurs calculées ne sont jamais supérieures à 4° (49). De plus, on ne peut en aucun cas confondre les relations "K-S" et "W-N" puisque la rotation faisant passer des groupes de directions "W-N"

$$\begin{aligned}
 [\bar{1}\bar{1}2]_{\text{cfc}} // [0\bar{1}1]_{\text{cc}} \\
 [1\bar{1}0]_{\text{cfc}} // [100]_{\text{cc}}
 \end{aligned}$$

aux groupes de directions "K-S"

$$\begin{aligned}
 [\bar{1}01]_{\text{cfc}} // [\bar{1}\bar{1}1]_{\text{cc}} \\
 [1\bar{2}1]_{\text{cfc}} // [2\bar{1}1]_{\text{cc}}
 \end{aligned}$$

est de 5°16' (figure 43).

Bien entendu, nous n'avons jamais la relation de Bain "B" (49).

$$\begin{aligned}
 (100)_{\text{cfc}} // (110)_{\text{cc}} \\
 [010]_{\text{cfc}} // [\bar{1}10]_{\text{cc}} \\
 [001]_{\text{cfc}} // [00\bar{1}]_{\text{cc}}
 \end{aligned}$$

TABLEAU III

*Valeurs expérimentales et valeurs calculées des angles
faits par différents plans réticulaires de la ferrite α
et de l'austénite γ .*

(γ)	α	Expérimentale	Calculée	Cliché
$(1\bar{1}0)$	(100)	0°	0°	a
(001)	(001)	$9^\circ 50$	10°	
(111)	(011)	0°	0°	
$(\bar{1}\bar{1}1)$	$(0\bar{1}1)$	19°	19°	
$(\bar{2}33)$	$(1\bar{5}3)$	0°	2°	b
$(\bar{3}31)$	$(\bar{3}01)$	$4^\circ 5$	5°	
(011)	$(\bar{1}12)$	5°	6°	
$(3\bar{1}1)$	(211)	5°	$3^\circ 5$	
$(\bar{1}\bar{1}4)$	$(0\bar{1}2)$	0°	3°	c
(131)	$(\bar{1}21)$	2°	$3^\circ 5$	
(311)	(121)	$1^\circ 5$	3°	
$(5\bar{1}1)$	(321)	1°	3°	
$(1\bar{1}0)$	(100)	2°	0°	
$(\bar{1}01)$	$(\bar{1}\bar{1}1)$	0°	5°	d
(131)	$(\bar{1}21)$	2°	$3^\circ 5$	
(111)	(011)	$0^\circ 5$	0°	
$(1\bar{1}1)$	(101)	8°	11°	
$(0\bar{1}0)$	$(1\bar{1}0)$	3°	8°	

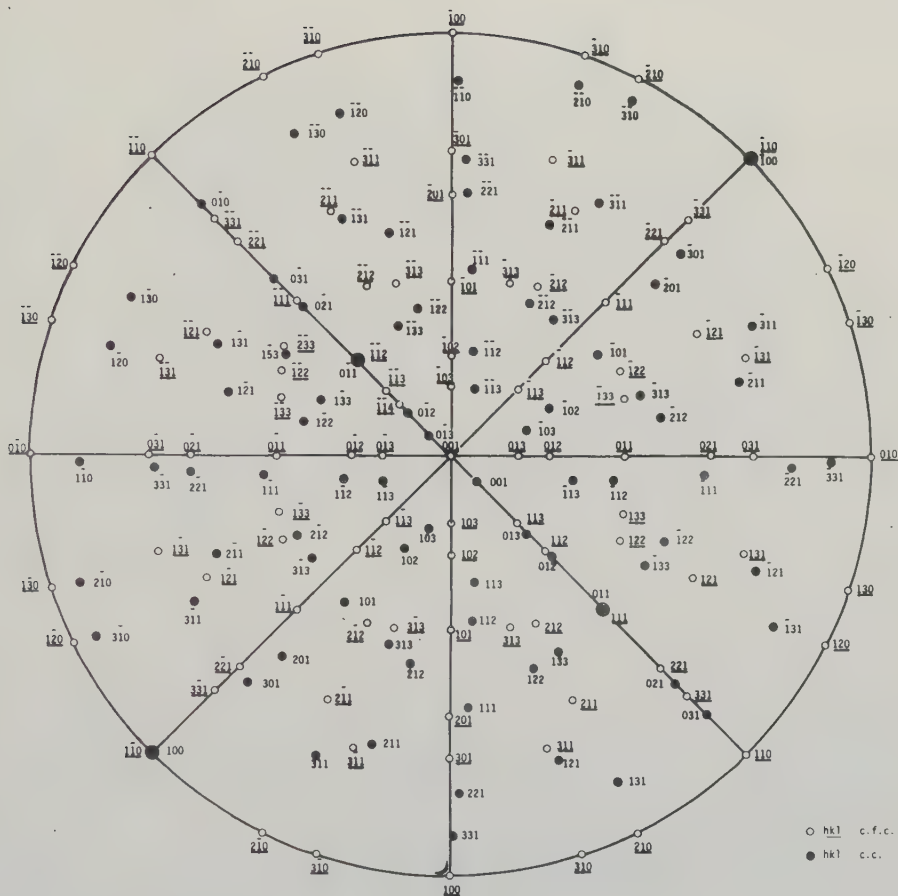


FIGURE 42

Projection stéréographique représentant les relations d'orientation de W.N. :

$$\begin{aligned}
 (111) \text{ c.f.c.} & // (011) \text{ c.c.} \\
 [\bar{1}\bar{1}2] \text{ c.f.c.} & // [\bar{0}\bar{1}1] \text{ c.c.} \\
 [\bar{1}10] \text{ c.f.c.} & // [\bar{1}00] \text{ c.c.}
 \end{aligned}$$

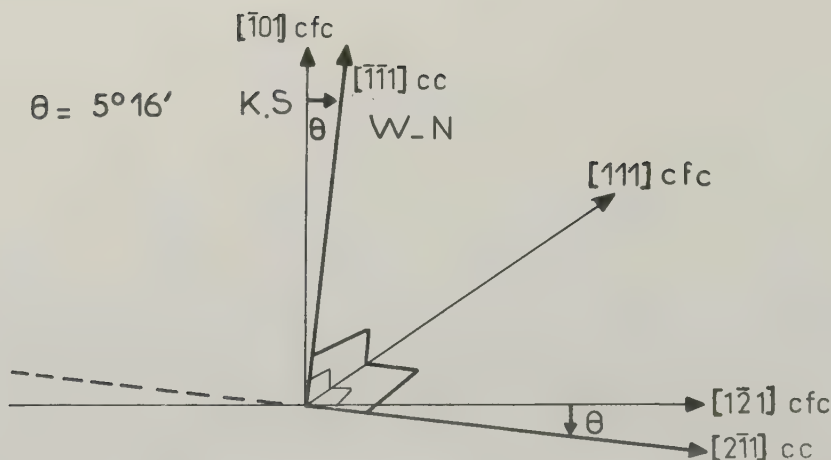


FIGURE 43

*Schéma représentant le passage des relations
"K.S." à "W.N."*

Rappelons que les relations que nous venons de mettre en évidence sont celles qui lient la ferrite (α) et l'austénite stabilisée (γ) riche et non celles qui lient la ferrite (α) à l'austénite-mère. Nous reviendrons plus loin sur ce problème.

4 - Détermination du plan d'accrolement (82)

Nous avons également recherché le plan d'accrolement par microscopie et microdiffraction électronique. Cette recherche repose sur l'étude de sa trace sur chaque plan de coupe (49). La forme des cellules ferritiques favorise cette recherche. Il ne faut évidemment utiliser que des plages ne présentant aucune équivoque (*figure 44*). La trace a été prise comme étant l'axe médian de la cellule. Nous évoquons ici les propos de W.G. Burgers et J.N. Christian (83) (84) quant à la trace utilisable lors



FIGURE 44

*Recherche du plan d'accrolement "h"
(coupe 15)*

de l'étude des martensites. Bien que nous n'ayons pas de midrib, l'erreur est très faible parce que la cellule est assez oblongue. De plus Srinivasan et Wayman (11) ont montré, par une étude comparative, que les plans d'accrolement déterminés par voie conventionnelle ("analyse des deux surfaces" par la méthode de Laue en retour, par microscopie optique à grossissement élevé $G = \times 1000$) ou par microscopie électronique sont identiques. Pour notre part, nous estimons que la détermination exacte de la trace par observation au microscope électronique est de loin, plus aisée et plus sûre que la détermination par observation au microscope métallographique parce que l'attaque chimique nécessaire à cette dernière crée, dans une microstructure aussi fine des aspects sans relation avec la structure réelle. Nous précisons que cette opinion se limite exclusivement à l'étude des structures hyper-fines.

Nous avons utilisé 8 couples "micrographie-cliché de microdiffraction" différents. Les combinaisons possibles entre ces derniers donnent 28 pôles possibles. 26 d'entre eux sont situés à l'intérieur d'un cône de demi-angle égal à $2^{\circ}30'$; les deux pôles restants sont situés à moins de 1° à l'extérieur de ce cône.

La figure 45 témoigne de la variété des coupes utilisées. La figure 46 localise le plan "h" expérimental. La zone de dispersion des différents pôles rend compte de l'erreur possible sur la détermination exacte de la trace. Une étude attentive de cette zone montre que la concentration des pôles est très élevée, dans un cône de demi-angle égal à $1^{\circ}30'$. Le plan d'accrolement "h" expérimental est donné par

$$p'_1 = (0,33381 ; 0,82413 ; 0,46175)_{\text{cfc}}$$

ce qui correspond à $70^{\circ}30'$; $34^{\circ}30'$; $62^{\circ}30'$.

On ne peut donner plus de précision sur les angles puisque l'emploi de ce type de stéréogramme cependant assez précis, ne permet pas une erreur inférieure à $\pm 0^{\circ}15'$. D'ailleurs, $\sum \cos^2 x_1 = 1,003832$ au lieu de 1,00000.

Sur la figure 46 nous avons représenté le plan rationnel qui en est le plus proche. Il s'agit du plan $(253)_{\text{cfc}}$ avec

$$p'_{(253)} = (71^{\circ},07 ; 35^{\circ},80 ; 60^{\circ},88)$$

Il faut remarquer que le plan "h" est irrationnel. Cela est conforme à l'opinion

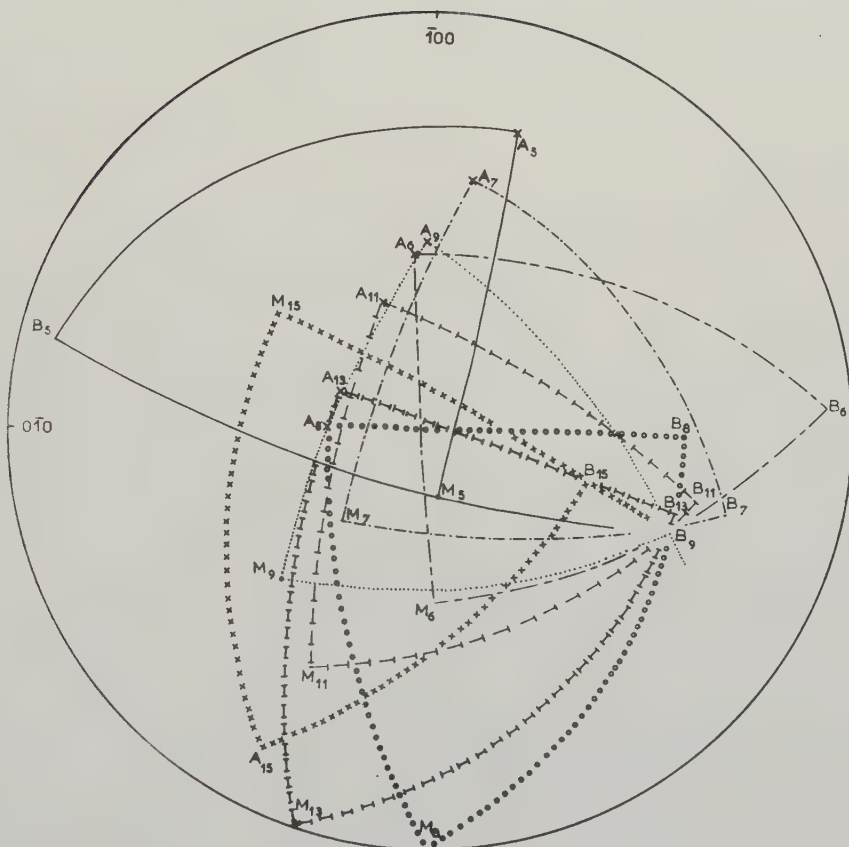


FIGURE 45

Représentation stéréographique des coupes utilisées pour la recherche de "h"

A_i : direction apparente de l'axe médian de la lentille (α)

M_i : pôle de la coupe utilisée

B_i : défini par son orthogonalité avec A_i sur la trace de M_i

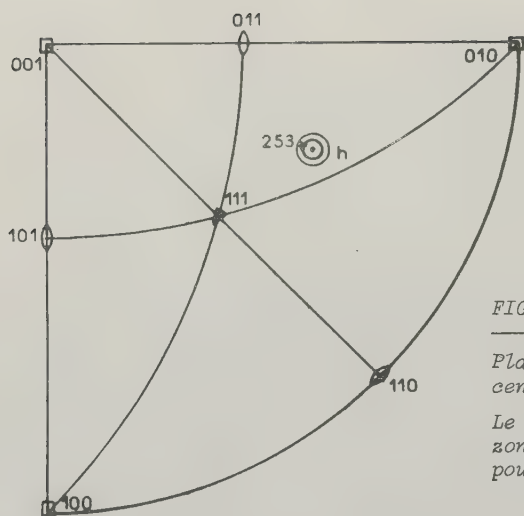


FIGURE 46

Plan "h" expérimental. Stéréogramme centré sur 001 _{cfc}.

Le 1^o cercle comprend 26 pôles ; la zone centrale n'a pas été représentée pour ne pas surcharger la figure.

de Lieberman , Wechsler, Read. Quant aux plans d'accolement observés ou calculés dans le cas général des martensites (85).

Notons que ce plan est proche du plan $(254)_{\text{cfc}}$ obtenu par Srinivasan et Wayman (11) dans un alliage Fe-Cr-C transformé à 285°C. Leur plan déterminé expérimentalement était, lui aussi, irrationnel.

Le plan "h" que nous venons de déterminer expérimentalement est totalement différent de celui que l'on obtient après trempe de (γ) dans l'azote liquide : en effet ce dernier est proche du $(3, 15, 10)_{\text{cfc}}$ (70).

CHAPITRE IV

ANALYSE CRISTALLOGRAPHIQUE DE LA PREMIERE ETAPE DE LA

TRANSFORMATION BAINITIQUE

Nous rappelons brièvement les faits suivants :

1) Les relations d'orientation entre (α) et (γ) sont celles de Wassermann - Nishiyama. La diffusion du carbone ne modifie pas ces relations dans la mesure où la maille de la phase en voie d'enrichissement reste identique à elle-même pendant le processus diffusionnel ce qui est bien le cas dans l'austénite (11) (86). Il en résulte que ces relations d'orientation sont les mêmes que celles qui existent entre la ferrite bainitique et l'austénite mère.

2) Le plan d'accrolement est très proche du plan (253) (γ) et nous pensons que pour les raisons exposées ci-dessus, il se conserve au cours du passage $\gamma \rightarrow (\gamma)$. Nous utiliserons ce plan (253) (γ).

3) La température de 420°C est inférieure au seuil à partir duquel la transformation martensitique est thermodynamiquement possible.

4) La ferrite bainitique n'est pas maclée, au cours de la deuxième étape elle devient une zone de précipitation. Elle est donc légèrement sursaturée. En outre elle contient un réseau de dislocations très dense.

Toutes les apparences militent donc en faveur du processus martensitique de la transformation. Cependant nous avons voulu en faire la démonstration rigoureuse.

Auparavant nous brosserons très rapidement une esquisse de la théorie de la transformation martensitique telle qu'elle résulte des travaux de Lieberman (87) et surtout de l'excellent ouvrage écrit par Wayman (53).

La théorie de Bowles et Kennon (15) relative à la transformation bainitique n'expliquant pas la majeure partie des résultats expérimentaux (26) nous avons présenté cette dernière en annexe.

I - RAPPELS SUR LA TRANSFORMATION MARTENSITIQUE

1 - Théorie classique

En 1924, BAIN (88) a proposé un mécanisme très simple qui permet de répondre partiellement à la question suivante : "Comment un réseau cubique à faces centrées peut-il être transformé en réseau quadratique centré?". La *figure 47* montre comment une maille tétragonale centrée peut être construite à partir de deux mailles cubiques à faces centrées en leur appliquant une compression suivant un axe et une expansion uniforme suivant les deux autres.

En fait, le réseau cubique à faces centrées peut-être considéré comme un réseau quadratique centré de rapport d'axes égal à $\sqrt{2}$. Dans ces conditions, il est seulement nécessaire de distordre d'une manière homogène ce réseau quadratique de façon à le transformer en un autre de rapport d'axes $\frac{c}{a}$ plus petit. Cette dernière déformation est appelée "déformation de réseau" : c'est une déformation homogène.

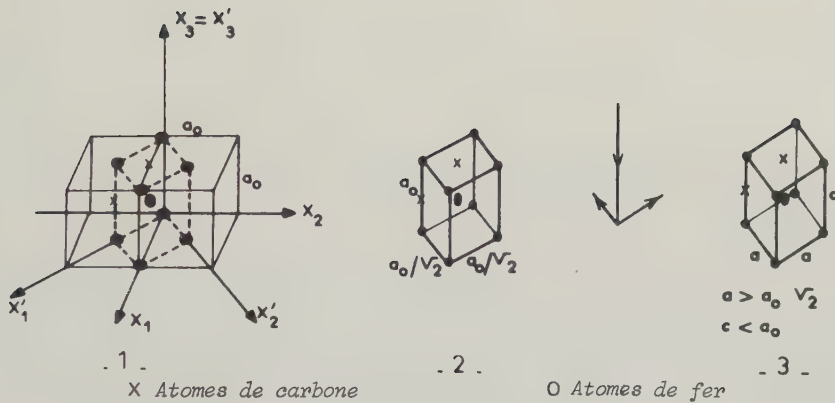


FIGURE 47

- 1) Maille quadratique centrée construite à partir de la maille cubique à faces centrées.
- 2) 3) Représentation de la distorsion de BAIN

En général, les principales distorsions suivant les axes x'_1 , x'_2 , x'_3 sont respectivement de l'ordre de 1,12 ; 1,12 ; et 0,80.

La matrice de correspondance est désignée (bCf) et, dans la figure précédente $X_b = (bCf)X_f$

$$\text{soit } \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{bmatrix}_b = \begin{bmatrix} 1 & -1 & 0 \\ 1 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{bmatrix}_f$$

b = quadratique centré

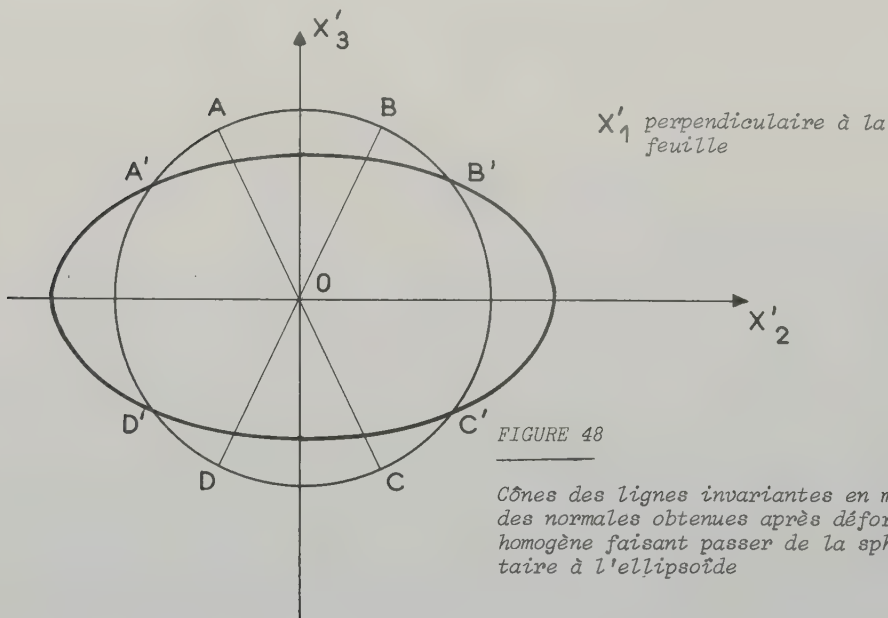
f = cubique à faces centrées.

Malheureusement, une déformation ainsi définie n'entraîne pas, en général, la condition que le plan d'accrolement ne tourne pas ou soit

distordu isotropiquement. Il est donc nécessaire d'avoir un ensemble de processus plus complet que le mécanisme de BAIN.

On rappelle que le plan d'accolement est le plan d'interface ou plan de contact entre les deux phases : on le définit en prenant comme axes de références, les axes de références de la phase mère.

On a une image beaucoup plus claire de la transformation de l'austénite en martensite en utilisant une sphère unitaire qui représente le réseau initial. Le réseau final est représenté par un ellipsoïde de révolution. On peut représenter cet ensemble sur la *figure 48*.



Si on appelle η_1, η_2, η_3 , les distorsions principales sur les axes X_1', X_2', X_3' , l'ellipsoïde a pour équation

$$\frac{(x_1')^2}{\eta_1^2} + \frac{(x_2')^2}{\eta_2^2} + \frac{(x_3')^2}{\eta_3^2} = 1$$

Il devra couper la sphère initiale en 2 cercles.

On voit que les vecteurs $\vec{OA}'$ et $\vec{OB}'$ représentent chacun la position finale des vecteurs $\vec{OA}$ et $\vec{OB}$ dont les modules restent inchangés malgré la déformation du réseau. La position initiale est définie par le cône de révolution ayant pour génératrice OA ou OB. On appelle les 2 cônes ainsi définis cône initial et cône final des lignes "non étendues". Dès l'instant où la matrice (fCb) inverse de (bCf) représente la transformation des normales aux plans, le cône final des lignes non étendues est le cône initial des normales et vice-versa.

Dans ces conditions, les valeurs propres de la matrice sont les demi-axes d'un ellipsoïde alors que celles de la matrice inverse définissent l'ellipsoïde réciproque dont l'intersection avec la sphère unitaire définit le cône initial.

Une autre propriété peut se déduire de la *figure 48*. Si la distorsion principale suivant X_1' est unitaire, les plans A'OC' et B'OD' ne sont pas distordus et réciproquement si un plan non distordu résulte d'une déformation homogène une des distorsions principales doit être égale à l'unité une autre supérieure et la troisième inférieure (89). C'est ce que l'on appelle la "condition A". On voit immédiatement que le mécanisme de BAIN ne répond pas à cette condition.

De plus, même si la condition A est remplie, il reste encore une difficulté. En effet, les plans A'OC' et B'OD' n'étant pas distordus, les vecteurs $\vec{OA'}$, $\vec{OC'}$, ou $\vec{OB'}$ et $\vec{OD'}$ sont distincts des vecteurs $\vec{OA}$, $\vec{OC}$ ou $\vec{OB}$ et $\vec{OD}$ alors qu'ils devraient être confondus. Il faut inclure une rotation de corps rigide amenant A'OC' en coïncidence avec AOC, et la description "mathématique" sera correcte.

Le problème ainsi posé est donc très clair : Quelle déformation doit on ajouter pour que la " condition A" soit remplie ?

C'est un cisaillement simple qui doit réduire les modules des vecteurs qui auraient été augmentés par la déformation de réseau. Ce sont précisément ces vecteurs de module invariant qui définissent des plans d'accolement possibles (Fig. 49) (90).

Sur un plan physique, l'ellipsoïde créé à partir de la sphère initiale par la déformation de réseau sera transformé par un simple cisaillement en un autre ellipsoïde tangent à la sphère initiale en des points diamétralement opposés. La distorsion principale parallèle à ce diamètre est unitaire. Notons immédiatement que le cisaillement peut être aussi bien un glissement qu'un maillage ; mais dans chacun de ces cas, le réseau est conservé ; le cisaillement est dit "non homogène" lorsqu'il s'agit d'un glissement et à "réseau invariant" lorsqu'il s'agit d'un maillage (53).

En résumé, si l'on appelle respectivement R, B et P les matrices de la rotation de corps rigide, de déformation de réseau, de simple cisaillement, on peut écrire :

$$P_1 = RBP$$

P_1 représente la déformation totale.

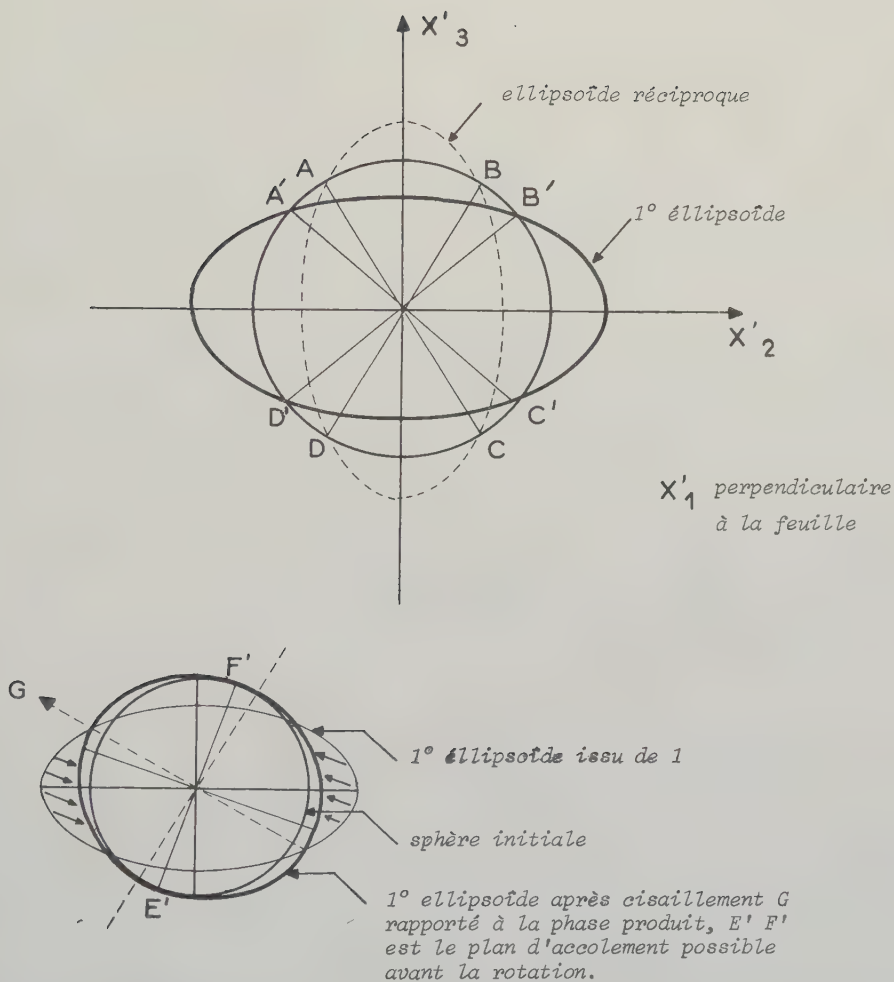


FIGURE 49

- 1- Représentation géométrique de la déformation homogène.
- 2- Production d'un plan non distordu par cisaillement G du premier ellipsoïde (90).

Cette théorie est purement phénoménologique et les opérations mathématiques telles que la déformation et la rotation n'ont pas forcément une existence réelle.

2 - Analyse stéréographique de la transformation martensitique.

a) - Si on appelle les distorsions principales η_1 , on a

$$\text{suivant } X'_1 \quad \eta_1 = \frac{a\sqrt{2}}{a_0}$$

$$\text{suivant } X'_2 \quad \eta_2 = \frac{a\sqrt{2}}{a_0} = \eta_1$$

$$\text{suivant } X'_3 \quad \eta_3 = \frac{c}{a_0}$$

a et c sont les paramètres du réseau produit c'est à dire de la martensité α' , a_0 celui de la phase mère, l'austénite γ . Il est évident que, dans ce cas, l'axe de contraction est parallèle à c soit $c_{\alpha'} // c_{\gamma}$.

La déformation homogène, B, relative à X'_1, X'_2, X'_3 peut alors s'écrire

$$(bBb) = \begin{bmatrix} \eta_1 & 0 & 0 \\ 0 & \eta_1 & 0 \\ 0 & 0 & \eta_3 \end{bmatrix}$$

Cette matrice, relative à une base orthonormée dont les vecteurs de base sont parallèles aux axes principaux de la déformation s'applique aussi à la base définie par X_1, X_2, X_3 puisque ces derniers ne diffèrent des précédents que par une rotation autour de $X_3 = X'_3$ et que les valeurs propres η_1 et η_2 sont égales. On écrira donc

$$(fBf) = \begin{bmatrix} \eta_1 & 0 & 0 \\ 0 & \eta_1 & 0 \\ 0 & 0 & \eta_3 \end{bmatrix}$$

Le cône initial et le cône final sont définis de la façon suivante : si un vecteur unitaire conserve son module lors de la déformation homogène faisant passer du cône initial au cône final, on peut écrire :

$$|(fBf)\vec{x}_1| = |\vec{x}_1| \quad \text{et} \quad \vec{x}_1' (fBf)\vec{x}_1^2 = \vec{x}_1' \vec{x}_1$$

La position initiale des vecteurs normaux aux plans dont les modules sont conservés est déterminée par le cône final grâce à la relation,

$$\vec{n}' (fBf)^{-2} \vec{n} = \vec{n}' \vec{n}$$

L'intersection de la sphère et de l'ellipsoïde de révolution définit le cercle directeur du cône initial, lieu des vecteurs dont le module reste constant lors de la déformation (fBf).

$$(\eta_1^2 - 1) x_1^2 + (\eta_1^2 - 1) x_2^2 + (\eta_3^2 - 1) x_3^2 = 0$$

Il en est de même pour les normales dont le cône final est la position initiale avant la déformation (fBf)⁻¹ :

$$\left(\frac{1}{\eta_1^2} - 1\right) x_1^2 + \left(\frac{1}{\eta_1^2} - 1\right) x_2^2 + \left(\frac{1}{\eta_3^2} - 1\right) x_3^2 = 0$$

Puisque X₃ est un axe de révolution, les demi-angles du cône initial et du cône final sont données par

$$\operatorname{tg} \phi_i = \left(\frac{1 - \eta_3^2}{\eta_1^2 - 1} \right)^{1/2} \quad \operatorname{tg} \phi_F = \left(\frac{\eta_1}{\eta_3} \right) \operatorname{tg} \phi_i$$

On peut déduire ϕ_i et ϕ_F des valeurs des paramètres a , c , a_0 déterminés expérimentalement.

b) - Abordons maintenant le cas d'une martensite intérieurement maclée. Cette martensite a subi un cisaillement complémentaire, à réseau invariant, dont les éléments seraient $\{112\}_\alpha$, et $\langle 111 \rangle_\alpha$. D'après la correspondance de BAIN, le plan et la direction de l'austénite générateurs des éléments de ce cisaillement sont respectivement $\{110\}_\gamma$ et $\langle 110 \rangle_\gamma$.

Comme l'ordre des opérations n'est pas imposé on peut appliquer, avant la déformation homogène, le cisaillement à la phase mère et prendre le système $\{110\}_\gamma$ $\langle 110 \rangle_\gamma$.

c) - La condition "A" est donc remplie ; cependant il faut de plus que le plan d'accrolement soit conservé.

Reportons nous à la *figure 50* qui représente la projection stéréographique de la transformation martensitique dans un alliage Fe-Ni-C (87).

On voit que les vecteurs $\vec{a}$, $\vec{b}$, $\vec{c}$ et $\vec{d}$ deviennent les vecteurs $\vec{a}'$, $\vec{b}'$, $\vec{c}'$ et $\vec{d}'$ après l'application du cisaillement complémentaire. Leurs modules sont inchangés puisque a' , par exemple, défini par le grand cercle passant par a et d_2 doit également être sur le cône initial. En fait $\vec{a}'$ est déterminé directement par l'intersection du cône initial avec le plan K_2' et de même, $\vec{a}$ par l'intersection du plan passant par $\vec{a}'$ et $\vec{d}_2$ avec le plan K_2 . $\vec{a}''$ transformé par déformation homogène est situé sur le cône final et sa position est déterminée par celle de $\vec{a}'$. Ainsi si l'angle de cisaillement α , déterminé par tâtonnements, a une valeur critique telle que l'angle entre $\vec{a}$ et $\vec{c}$ (avant cisaillement

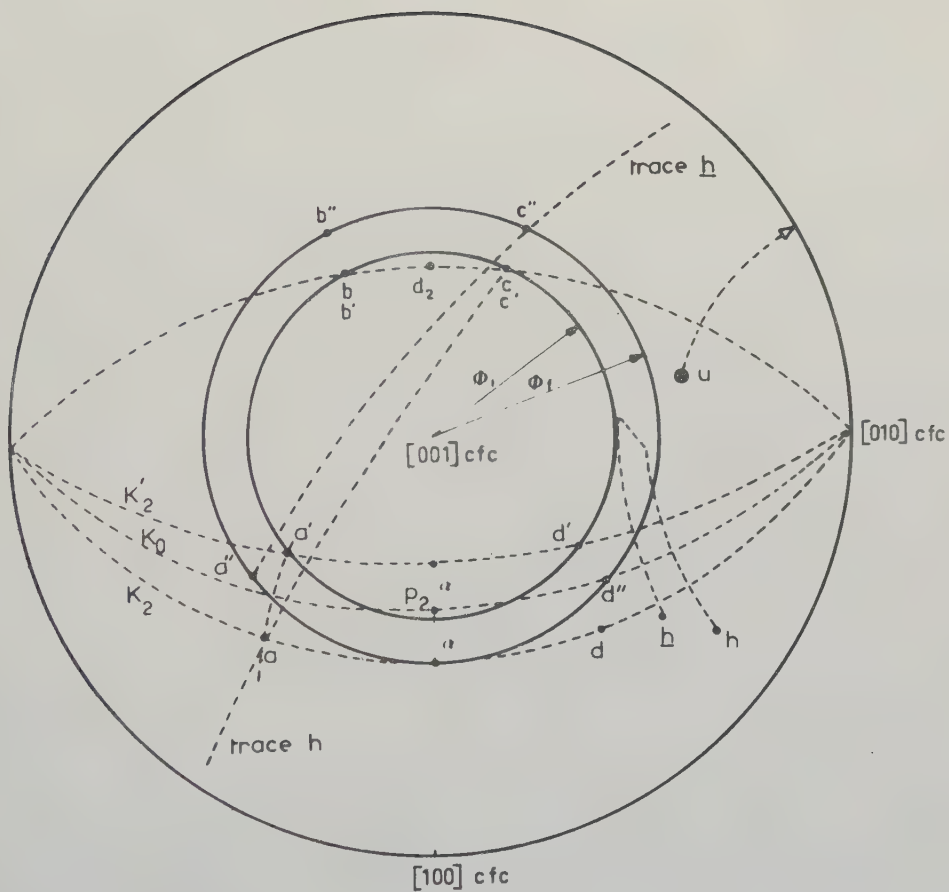


FIGURE 50

Représentation stéréographique de la transformation martensitique dans un alliage Fe-Ni-C (87).

et déformation homogène) soit égal à l'angle entre a'' et c'' , le plan dont la trace contient $\vec{a}$ et $\vec{c}$ est un plan d'accrolement possible. Néanmoins bien que ce plan ne soit pas distordu, il a subi une rotation puisque sa position finale est donnée par $\vec{a}''$ et $\vec{c}''$. Il faut maintenant remplir la troisième condition c'est-à-dire trouver une rotation de corps rigide qui ramène $\vec{a}''$ en $\vec{a}$ et $\vec{c}''$ en $\vec{c}$. Ainsi le plan d'accrolement ne sera ni déplacé ni distordu. Sur la *figure 50*, l'axe de rotation de corps rigide est défini par U qui est l'unique axe possible : sa détermination se fait par application du théorème d'EULER. L'angle de rotation est défini par l'angle amenant h , plan d'accrolement après rotation, sur le plan d'accrolement h avant rotation. Par la même rotation autour de U, $\vec{a}''$ doit venir en $\vec{a}$ et $\vec{c}''$ en $\vec{c}$. L'ordre des opérations est bien $P_1 = R.B.P$. Il est tel que P_1 soit la déformation totale que l'on observe expérimentalement.

On notera que, dans le cas général, on peut trouver deux angles de cisaillement critique ce qui entraîne l'existence de 4 plans " h " possibles associés à 4 axes de rotation de corps rigide différents que l'on obtient en choisissant tous les couples de normales et lignes invariantes possibles.

II - ANALYSE STEREOGRAPHIQUE DE LA TRANSFORMATION.

Les principaux objectifs qui viennent immédiatement à l'esprit sont les suivants :

- Eléments du cisaillement complémentaire
- Peut-on expliquer l'absence de macles dans la ferrite bainitique (α)?
- Peut-on également expliquer la densité élevée de dislocations ?
- Valeur du rapport $\frac{c}{a}$ à 420°C.
- Ordre de grandeur du taux de carbone contenu dans la phase mère se cisailant.

L'existence d'une réponse à ce faisceau de questions permettra de démontrer la nature martensitique du processus et de lever l'incertitude quant au taux de carbone contenu dans le produit martensitique au moment de sa formation.

Dans le cas des martensites, on doit obligatoirement faire appel à des bases expérimentales simples. Ces dernières sont :

1) Les paramètres de la phase mère et de la phase produit qui déterminent η_1 et η_3 (dans le cas de la variante de BAIN que nous utilisons).

2) Les éléments du cisaillement complémentaire

Si l'on connaît les relations d'orientation entre les phases, on peut également appliquer la méthode dite "inverse" de Liebermann (87). Cependant dans tous les cas il faut posséder les valeurs, à la température ambiante, des paramètres cristallins.

Pour la bainite nous avons envisagé une autre façon de poser le problème. Il n'est pas possible en effet, faute de données, de construire la *figure 50* selon le procédé que nous venons de décrire. Nous ne pouvons pas supposer que la phase formée initialement à partir de l'austénite soit de la ferrite, produit final de la transformation. Nous ne connaissons les valeurs exactes des paramètres cristallins à 420°C ni pour l'austénite ni pour cette phase.

Les données expérimentales dont nous disposons sont seulement le plan d'accolement et les relations d'orientation. Il est évident que nous ne pouvons pas utiliser ces dernières car elles lient la phase initiale, l'austénite à la phase finale, la ferrite et non l'austénite à la phase martensitique intermédiaire.

Le seul point expérimental sur lequel on peut s'appuyer est donc finalement le plan d'accrolement. Il ne faut pas le considérer comme un élément sans importance car, comme nous l'avons vu, à tout plan d'accrolement correspond des η_i et des éléments de cisaillement bien déterminés. Si de nombreux chercheurs ont buté sur le problème de la cristallographie de la transformation bainitique, c'est parce qu'ils ignoraient la position du plan d'accrolement par rapport à la phase austénitique qu'ils avaient éliminée par trempe (15). Or, dans notre cas, la ferrite et l'austénite coexistent comme nous l'avons nous même mis en évidence pour la première fois dans des alliages hypereutectoïdes de type Fe - C - Si.

1 - Principe de la méthode utilisée (figure 51) (Analyse stéréographique).

a) - Dès l'instant où l'on se fixe un plan de cisaillement p_2 donné, le cône initial est fixé, puisque l'intersection de la trace du plan d'accrolement et celle du plan p_2 détermine la ligne invariante b. Le cercle centré sur X_3 passant par b représente donc le cône initial. On a immédiatement la valeur de ϕ_i .

b) - Le cône final sera déterminé de la façon suivante.

b-1) - La direction d_2 du cisaillement complémentaire étant fixée par le type de cisaillement, le plan K_0 est défini par $\vec{p}_2'$ et par $\vec{k}$ avec $\vec{k} = \vec{p}_2' \wedge \vec{d}_2$

- On procède par tâtonnements pour déterminer l'angle α de cisaillement critique. Pour cela on choisit une valeur arbitraire de cet angle que l'on porte de part et d'autre du pôle p_2 du plan de cisaillement le long du grand cercle passant à la fois par ce pôle et la direction $\vec{d}_2$, donc

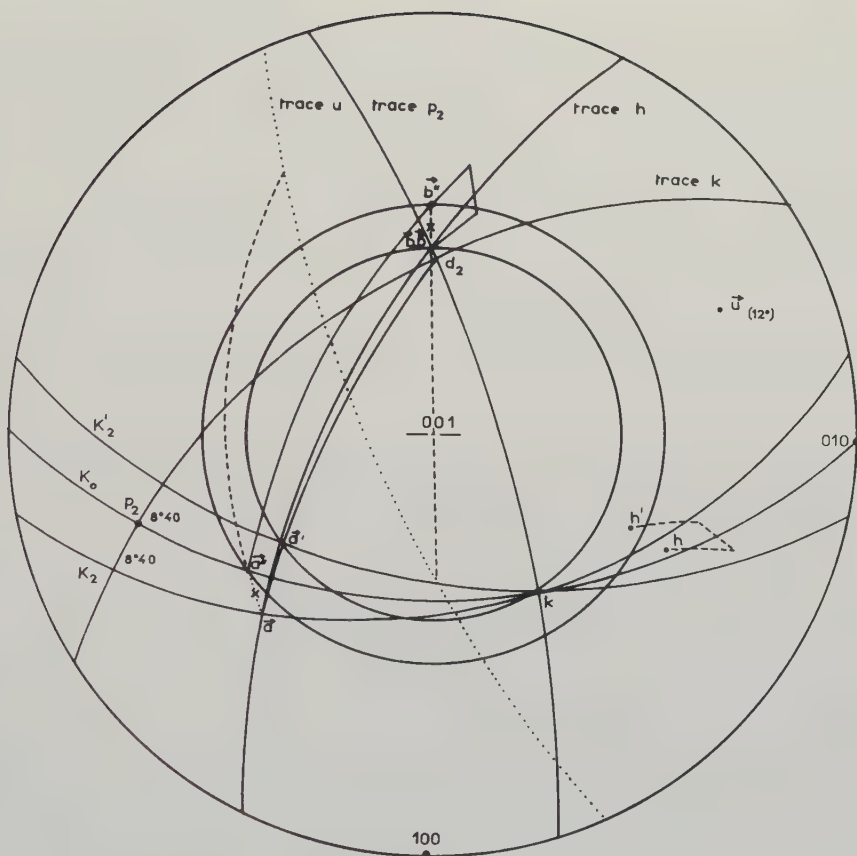


FIGURE 51

Représentation stéréographique du cisaillement ayant pour éléments (96) :

$$p_2 = (\bar{1}\bar{3}1)$$

$$d_2 = [\bar{1}01]$$

$$\Delta V = 1,04 \quad \frac{c}{a} = 1 \quad \alpha = 8^\circ 40'$$

sur la projection du plan de normale $\vec{k} = \vec{p}_2' \wedge \vec{d}_2$

- L'angle α étant fixé de part et d'autre de K_0 qui passe par les pôles p_2 et k , on détermine K_2 et K_2' qui sont les traces initiales et finales d'un plan non distordu par le cisaillement complémentaire. Ces deux traces doivent évidemment passer par $\vec{k}$.

- Le vecteur $\vec{a}'$ est l'intersection du cône initial avec la trace K_2' .

- Le vecteur $\vec{a}$ doit se trouver à l'intersection de la trace de "h" et de celle de " K_2 " puisqu'il entre dans la définition du plan d'accouplement.

- Le premier critère qui permet de vérifier que la valeur choisie arbitrairement pour α est correcte est que $\vec{a}$, $\vec{a}'$ et $\vec{d}_2$ soient situés dans le même plan, donc sur la même trace.

b-2) - Quand ces dernières conditions sont remplies, on définit $\vec{a}''$ et $\vec{b}''$ tels que $a' a''$ et $b' b''$ donc $b' b''$ passent par X_3 puisque $a' a''$ et $b' b''$ sont liés radialement par la déformation de BAIN. Les lieux de a'' et b'' étant déterminés, leurs positions sont fixées par les conditions suivantes :

- L'angle $(\vec{a}', \vec{a}'')$ doit être égal à $(\vec{b}', \vec{b}'')$ donc $\widehat{\vec{b}', \vec{b}''}$
- L'angle $(\vec{a}, \vec{b})$ donc l'angle $(\vec{a}, \vec{b}')$, doit être égal à l'angle $(\vec{a}'', \vec{b}'')$
- De plus a'' et b'' doivent être sur un cercle centré sur X_3

De cette manière, il n'existe qu'une position possible pour a'' et b'' .

b-3) - Le cône final est déterminé par le cercle passant par a" et b".

b-4) - On détermine l'axe de la rotation, U, qui amène le plan d'accroissement de sa position après rotation due à la déformation de Bain à sa position réelle que donne l'expérience.

c) - Il est bon de vérifier que l'angle de cisaillement critique α n'est pas un angle très différent des angles habituellement observés dans les transformations martensitiques. Ainsi si on utilisait un angle de $\pm 45^\circ$, il y aurait incompatibilité avec le modèle de Bain. Ce dernier résultat découle du fait que le rapport $\frac{c}{a}$ doit être compris entre 1 et $\sqrt{2}$.

2 - Application (91) (92).

a) - Éléments du cisaillement complémentaire.

Chacun des cisaillements complémentaires possibles figurant au tableau n° 4 représente en réalité une famille de cisaillements dont les différents membres se répètent par les opérations de symétrie de la phase dont la symétrie est la plus faible c'est-à-dire de la phase-produit. Le nombre d'essais à effectuer est considérable. Pour l'obtenir il faut en effet multiplier le nombre total des modes de cisaillement représentés au tableau n° 4 compte tenu de l'observation que nous venons de faire par le nombre d'essais par tâtonnement à effectuer pour déterminer l'angle α de cisaillement critique. Il ne faut pas oublier qu'il existe deux groupes d'angles critiques satisfaisant aux critères que nous avons énoncés ci-dessus. Un seul de ces deux angles peut conduire au plan d'accroissement expérimental.

Dans cette étude nous admettons qu'un cisaillement complémentaire unique suffit pour décrire la transformation de l'austénite autour de 420°C . Ce point de vue est justifié entièrement par le fait que nous n'avons jamais observé de macles dans la ferrite dérivant de la phase-produit. ROSS et CROCKER (93) et WAYMAN (94) envisagent un double cisaillement dans les transformations.

martensitiques de basse température. Mais des études encore inédites de G. METAUER (95) montrent que l'idée de WAYMAN selon laquelle le second cisaillement complémentaire l'emporte peu à peu sur le premier lorsque la température s'élève et tend à devenir un simple glissement lorsque la température s'élève est parfaitement valable. Dans ces conditions il n'y a aucune contradiction entre nos conceptions et celles de ROSS et CROCKER.

TABLEAU IV

Cisaillements complémentaires possibles. (96)

cas	phase mère		phase produit	
1	(101)	$\begin{bmatrix} \bar{1}01 \end{bmatrix}$	(112)	$\begin{bmatrix} \bar{1}\bar{1}1 \end{bmatrix}$
2	(131)	$\begin{bmatrix} \bar{1}01 \end{bmatrix}$	($\bar{1}$ 21)	$\begin{bmatrix} \bar{1}\bar{1}1 \end{bmatrix}$
3	(111)	$\begin{bmatrix} \bar{1}\bar{1}2 \end{bmatrix}$	(011)	$\begin{bmatrix} 0\bar{1}1 \end{bmatrix}$
4	(111)	$\begin{bmatrix} 1\bar{2}1 \end{bmatrix}$	(011)	$\begin{bmatrix} 3\bar{1}1 \end{bmatrix}$
5	(111)	$\begin{bmatrix} 1\bar{1}0 \end{bmatrix}$	(011)	$\begin{bmatrix} 100 \end{bmatrix}$
6	(1 $\bar{1}$ 1)	$\begin{bmatrix} \bar{1}01 \end{bmatrix}$	(101)	$\begin{bmatrix} \bar{1}\bar{1}1 \end{bmatrix}$
7	(010)	$\begin{bmatrix} \bar{1}01 \end{bmatrix}$	($\bar{1}$ 10)	$\begin{bmatrix} \bar{1}\bar{1}1 \end{bmatrix}$

Nous avons représenté sur la figure 52 l'unique solution compatible avec le plan h expérimental proche de (253) (γ). Elle consiste en un cisaillement non homogène $(1\bar{1}1)_{\text{cfc}} [\bar{1}01]_{\text{cfc}}$ sans aucun maillage. Elle figure à la 6ème ligne du Tableau n° 4.

Afin de ne pas trop surcharger la figure 52 toutes les traces et tous les pôles ne sont pas représentés. On retrouve néanmoins très bien les éléments de base de la méthode précédemment décrite. Le pôle $(121)_{\text{cfc}}$ représente le pôle k défini par $\vec{k} = \vec{d}_2 \wedge \vec{p}_2'$. K_0 passe par p_2 et le pôle de la normale au plan $(121)_{\text{cfc}}$. L'angle α a été mesuré sur la trace $(121)_{\text{cfc}}$ de part et d'autre de p_2 . Il définit K_2' et K_2 . $\vec{b} = \vec{b}'$ est l'intersection de la trace de p_2 avec la trace de "h".

b) - Distorsions principales.

$\vec{a}'$ est l'intersection de K_2' avec le cône initial défini par $\vec{b}$. le vecteur $\vec{a}$ est bien défini par l'intersection des traces (a', d_2) et de K_2 . Les vecteurs $\vec{a}'$ et $\vec{a}''$ sont reliés radialement tout comme $\vec{b}'$ et $\vec{b}''$. Les angles ϕ_i et ϕ_F ont pour valeurs

$$\phi_i = 48^\circ \pm 0,15$$

$$\phi_F = 55^\circ,50 \pm 0,15.$$

si on utilise les relations

$$\text{tg}^2 \phi_i = \frac{1-\eta_3^2}{\eta_1^2 - 1} \quad \text{et} \quad \text{tg} \phi_F = \frac{\eta_1}{\eta_3}, \quad \text{tg} \phi_i.$$

on obtient $\eta_1 = \eta_2 = 1,109$

$$\eta_3 = 0,846$$

Les valeurs de η_1 et η_3 sont très différentes de celles des η_i trouvées dans les alliages Fe-Ni à 31% η_i (97) soit $\eta_1 = 1,132136$ et $\eta_3 = 0,800541$. Cet écart est dû uniquement au fait que, dans les alliages Fe-Ni, le paramètre de l'austénite-mère est différent et que les martensites sont cubiques. On peut cependant conclure que l'ordre de grandeur des η_i est correct.

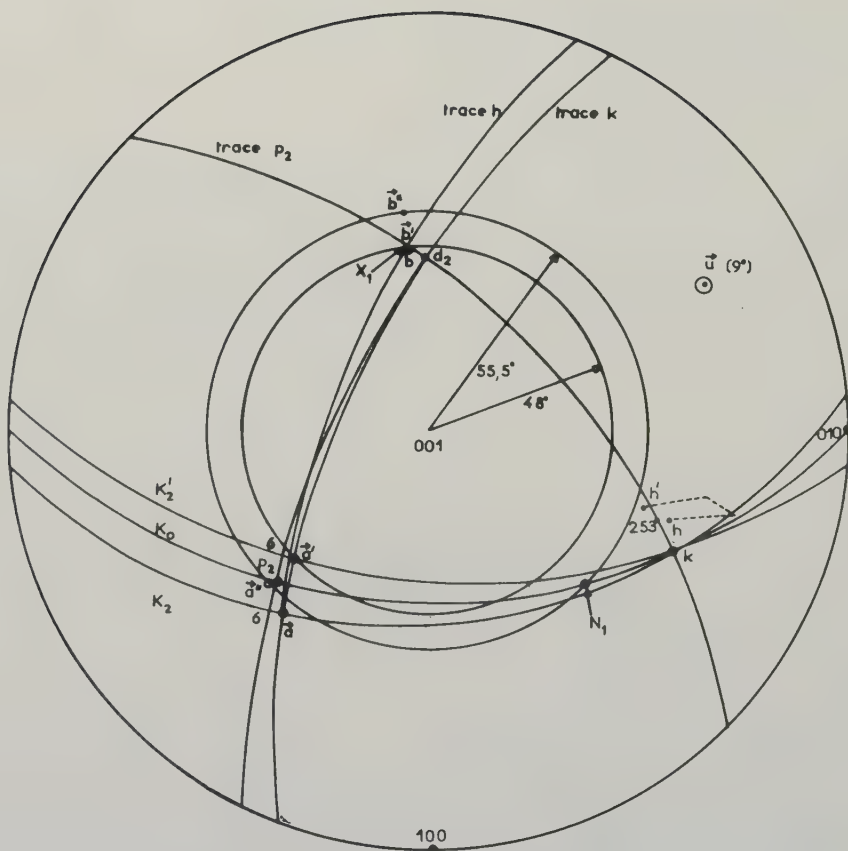


FIGURE 52

Recherche des éléments définissant le cisaillement permettant le passage de l'austénite à la martensite fugace (91) (92).

$$p_2 = (\bar{1}\bar{1}1)$$

$$d_2 = [\bar{1}01]$$

$$\alpha = 6^\circ$$

$$\phi_i = 58^\circ, 50$$

$$\phi_F = 48^\circ$$

L'axe U correspond à $-64^{\circ}30'$; 31° ; 74°

L'angle de rotation autour de U est entre $8^{\circ}30'$ et 9° .

c) - Recherche par le calcul de la valeur précise de l'angle de cisaillement critique : Relations de compatibilité des éléments de cisaillement.

- Etant donné qu'une erreur de lecture de $1/4$ degré est admise avec un cercle stéréographique de diamètre 30 cm, nous avons essayé de préciser l'angle α .

En utilisant les paramètres η_i , déterminés à partir de $\phi_i = 48^{\circ}$ et $\phi_F = 55^{\circ},50$, on peut calculer la valeur de l'angle α . Pour ce faire, on utilise en général la formule proposée par Wechsler (98) qui représente tous les cisaillements. Appliquée aux cisaillements opérant suivant un plan $\{111\}_{cfc}$ elle se simplifie (99) et on a

$$g = 2 \operatorname{tg} \alpha = \frac{1}{A} (\eta_1^2 - 1) \left[\frac{1}{\sqrt{3}} (\eta_1^2 - \eta_3^2) u_3 + \delta \cdot H^{1/2} \right]$$

$\delta = \pm 1$ (ce delta est totalement différent du paramètre de dilatation) (53)

$$A = (\eta_1^2 - \eta_3^2) u_3^2 - \eta_1^2 \epsilon$$

$$H = \left[\eta_1^2 (1 - \eta_3^2) - (\eta_1^2 - \eta_3^2) u_3^2 \right] \epsilon$$

$$\epsilon = \frac{1}{3} (3 - \eta_1^2 - 2\eta_3^2)$$

$$\text{avec } d_2 = \begin{bmatrix} u_1 & u_2 & u_3 \end{bmatrix} \text{ et } d_2 = \begin{bmatrix} \bar{1} & 0 & 1 \end{bmatrix}_{cfc}$$

$$p_2 = \begin{bmatrix} v_1 & v_2 & v_3 \end{bmatrix} \text{ et } p_2 = (1 \ \bar{1} \ 1)_{cfc}$$

cette formule est différente de la formule originale car les auteurs ont utilisé 010_{γ} comme axe de contraction alors que nous avons adopté l'axe conventionnel 001_{γ} .

On obtient alors : $\epsilon = 0,112220$

$$\delta H^{1/2} = 0,101513$$

$$A = 0,118592$$

$$g_1 = 0,209417$$

$$g_2 = 0,603050$$

$$\alpha_1 = 5^{\circ}59'$$

$$\alpha_2 = 16^{\circ}47'$$

On obtient deux solutions. La solution α_1 est très proche de la valeur α donnée par le stéréogramme alors que α_2 en est très éloignée. Cela tient à ce qu'elle correspond à un autre plan d'accrolement. Elle doit donc être rejetée. En outre il faut noter qu'avec le système $(1\bar{1}1)_{\text{cfc}} [\bar{1}01]_{\text{cfc}}$ et $\eta_1^2 = 1,229820$, $\eta_3^2 = 0,716527$ on n'obtient pas de cisaillement dit "négatif" (99).

- Restrictions sur p_2 et d_2

Nous avons également vérifié mathématiquement le fait que le cisaillement est physiquement possible car à toutes les valeurs de η_i données ne correspond pas un choix quelconque des éléments de cisaillement (100). Les auteurs appellent m le plan p_2 , et l la direction d_2 . Dans ces conditions, nous devons avoir :

$$m_1^2 (1 - \eta_2^2) (1 - \eta_3^2) + m_2^2 (1 - \eta_3^2) (1 - \eta_1^2) + m_3^2 (1 - \eta_1^2) (1 - \eta_2^2) < 0$$

$$\eta_1^2 l_1^2 (1 - \eta_2^2) (1 - \eta_3^2) + \eta_2^2 l_2^2 (1 - \eta_3^2) (1 - \eta_1^2) + \eta_3^2 l_3^2 (1 - \eta_1^2) (1 - \eta_2^2) < 0$$

Ces deux inégalités sont effectivement satisfaites pour les valeurs de η_1^2 et de η_3^2 que nous avons obtenues.

d) - Non dégénérescence de type "k".

On rencontre ce cas lorsque deux plans non distordus correspondant à l'une des deux valeurs de g sont cristallographiquement équivalents. De nombreux auteurs (98) (101) ont montré que ce type de dégénérescence intervient lorsque k est soit parallèle, soit perpendiculaire à l'axe de contraction et également lorsque cette direction k est un axe de symétrie d'ordre 2 ou 4 de l'austénite. Read et Liebermann ont fait une étude complète de ces possibilités et ont montré que dans le cas du cisaillement $(1\bar{1}1)_{cfc} [\bar{1}01]_{cfc}$ il n'y a pas dégénérescence (99). Cela confirme nos résultats et montre en particulier qu'il y a une seule solution pour le plan h expérimental. Dans le cas de la dégénérescence, on aurait 2 angles α possibles pour le même plan d'accolement.

e) - Non dégénérescence de type "g".

Elle se traduit par une équivalence des plans d'accolement qui sont 2 au lieu de 4. Cela se produit lorsque les deux angles de cisaillement sont égaux en valeur absolue. Dans ce dernier cas nous n'avons pas ce type de dégénérescence car il faudrait (99) que la direction de cisaillement soit à la fois un axe de symétrie 2 ou 4 de l'austénite et perpendiculaire à l'axe de contraction. En dehors de ces deux conditions ($d_2 = [\bar{1}01]_{cfc}$) il n'y a pas d'ambiguïté possible pour la valeur de l'angle α et pour son signe, car nous avons α_1 et α_2 positifs et différents.

En conclusion, la valeur $\alpha_1 = 6^\circ$ déterminée par tâtonnement, et la valeur $\alpha_1 = 5^\circ 59'$ obtenue par calcul rapide, avec $\phi_i = 48^\circ$ et $\phi_F = 55^\circ, 50$ représentent la solution unique.

f) - Rapport $\frac{c}{a}$; rapport volumique.

Ayant les valeurs des distorsions principales, on accède aisément au rapport $\frac{c}{a}$ où a et c sont les paramètres de la martensite produite par cisaillement.

En utilisant les relations entre η_1 et " a " d'une part et entre η_3 et c de l'autre, on obtient $\frac{c}{a} = \frac{\eta_3 \sqrt{2}}{\eta_1}$ soit $\frac{c}{a} = 1,074$.

Le rapport volumique est égal à $\eta_1^2 \cdot \eta_3$ et vaut $\Delta V = 1,0412$ ce qui est de l'ordre de 1,04.

En conclusion, dans l'alliage à 1,02 % C et 3,9 % Si maintenu 30 minutes à 420°C il faut utiliser un cisaillement complémentaire dont les éléments sont :

$$\vec{p}_2 = (1 \ \bar{1} \ 1)_{cfc}$$

$$\vec{d}_2 = \left[\bar{1} \ 0 \ 1 \right]_{cfc}$$

avec $\alpha = 6^\circ$

$$\frac{c}{a} = 1,074 \text{ (à } 420^\circ\text{C)}$$

$$\Delta V = 1,0412$$

3 - Mesure du rapport c/a à 420°C

La valeur $\frac{c}{a} = 1,074$ à 420°C ne donne pratiquement aucun renseignement sur la teneur en carbone de la phase mère ou de la phase produit puisqu'il n'est pas possible de faire directement, à cette température, la mesure des pa-

ramètres d'une martensite au carbone (102). Il est donc nécessaire d'extrapoler à 420°C, température inférieure à T_0 , les valeurs mesurées à basse température.

Les mesures de paramètres ont pu être effectuées grâce au dispositif de diffraction aux basses températures adapté par M. Gantois et J. Poirson à un goniomètre à compteur (51). Les lois de variations des paramètres a et c de la martensite en fonction de la température ont été déterminées en traçant le profil des raies (002) et (200) à différentes températures sur le même échantillon et en observant l'évolution de leur position angulaire déterminée avec un pas de $\frac{1}{100}$ de degré. L'ensemble des résultats est reporté sur les figures (53a et 53b).

La recherche de la loi de variations de la forme $x = x_0 + \alpha\theta + \beta\theta^2$ est gênée par le fait que, dans le domaine des basses températures où les mesures sont faites, la courbe présente une très faible concavité. A la précision des mesures, on devrait admettre que cette loi est linéaire entre -195 et 20°C. Aussi avons nous effectué l'extrapolation dans les deux hypothèses suivantes :

- La loi de variations de c en fonction de la température est linéaire. La concavité de la courbe $c = c_0 + \alpha\theta + \beta\theta^2$ a la valeur maximale qui soit compatible avec la position des points expérimentaux. On obtient des valeurs par défaut dans le premier cas et par excès dans le second.

- La variation de a est si faible qu'on peut la considérer comme linéaire.

Dans un premier stade (I) nous avons assimilé les variations des paramètres cristallins à des formes linéaires et, à 420°C, cela nous a fourni une valeur nettement par défaut du rapport $\frac{c}{a}$. Afin de trouver une limite supérieure de la tétragonalité (II) nous avons cherché quelle était la courbe du second degré, la plus concave, représentative de la variation de " c ", compatible avec les erreurs expérimentales, " a " varie de façon quasiment linéaire.

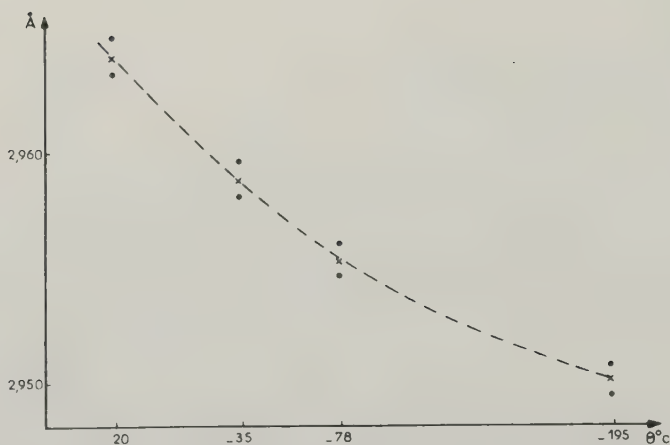


FIGURE 53 a

Variations du paramètre C de la martensite (1,02 % C et 3,9 % Si) en fonction de la température (20°C à -195°C)

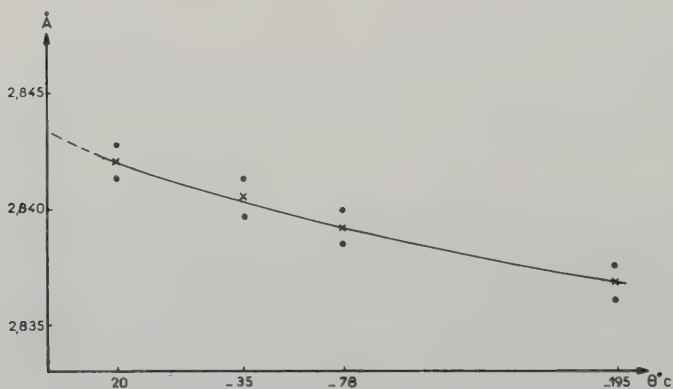


FIGURE 53 b

Variations du paramètre a de la martensite (1,02 % C et 3,9 % Si) en fonction de la température (20°C à -195°C)

Ce dernier calcul donne une valeur de $\frac{c}{a}$ par excès à 420°C. Enfin (III), connaissant les valeurs minimales et maximales du rapport $\frac{c}{a}$ à 420°C, nous avons lissé les courbes passant par les points expérimentaux et trouvé une valeur de $\frac{c}{a}$ comprise, dans l'intervalle défini auparavant.

Les valeurs par défaut (I), par excès (II) et proches de la valeur réelle (III) sont rassemblées dans le tableau ci-dessous.

	I	II	III
$\frac{c}{a}$ (420°C)	1,0520	1,0860	1,0810
$\frac{c}{a}$ (20°C)	1,0425	1,0435	1,0430

Les variations du rapport $\frac{c}{a}$ avec la température ont le même ordre de grandeur que celles qu'ont données Al' Sevskiy et Kurdjumov (103) qui ont fait des mesures entre la température ambiante et celle de l'azote liquide sur des aciers de type Fe - Mn - C. Naturellement il faudrait tenir compte, pour passer de leurs valeurs aux nôtres, de l'influence du taux de carbone et de la teneur en différents éléments d'addition.

Si on tient compte du fait qu'aux basses températures nous nous sommes attachés à relever l'évolution relative et non pas l'évolution absolue des différents paramètres, l'extrapolation que nous avons faite reste valable et le tableau ci-dessus donne l'ordre de grandeur de la tétragonalité d'une martensite à 1,02 % C et 3,9 % Si à 420°C.

La valeur de $\frac{c}{a}$ déterminée par l'étude stéréographique soit 1,074 et celle que donne l'extrapolation (III) sont en bon accord. La martensite formée à 420°C contient 1,02 % de carbone, teneur égale à celle de l'austénite initiale. Nous avons vérifié indirectement cette conclusion en montrant que pour une teneur en carbone négligeable le plan d'accolement ne pourrait

être (253)_{cfc}. Si l'on admettait en effet pour la martensite α_1 un rapport d'axes très voisin de 1, l'austénite-mère contiendrait une teneur en carbone négligeable ; ΔV serait égal à 1,03 ; le pôle du plan " h_1 " serait situé à 5° du pôle "h" expérimental de la martensite à 1,02 % C alors que pour cette martensite on a pratiquement 26 pôles expérimentaux sur 28 qui sont à moins de 1°30 de "h".

4 - Conclusions partielles

De l'ensemble de ces observations il ressort trois remarques très importantes.

a) - Dans ce type d'alliage la plage d'austénite qui se cisaille à 420°C possède la même teneur en carbone que l'austénite d'homogénéisation ce qui revient à dire qu'elle se cisaille avant de s'enrichir.

b) - On retrouve cette propriété en comparant la valeur $\left(\frac{c}{a}\right)_{420^\circ C} = 1,074$ du rapport d'axes de la martensite transitoire à la valeur $\left(\frac{c}{a}\right)_{20^\circ C} = 1,10$ de

la martensite formée par trempe, dans l'azote liquide, de l'austénite enrichie.

c) - La ferrite bainitique est le produit final de la décomposition de la martensite transitoire fugace.

d) - Le mécanisme de cisaillement n° 6 que nous avons déjà montré être le mécanisme réel ne conduit pas à l'apparition de macles dans la structure finale (92). Ce fait est en parfait accord avec nos observations expérimentales. L'hypothèse d'une disparition des macles est à rejeter puisque leur souvenir aurait été conservé jusqu'à des températures de l'ordre de 500°C c'est-à-dire des températures auxquelles la précipitation des carbures est complète (13)

(18) (104) (105).

e) - Cette observation rejoint celle de Shimizu et Nishiyama (18) selon laquelle une ferrite formée par cisaillement devrait contenir beaucoup plus de dislocations qu'une ferrite eutectoïde dans le cas où la transformation est effectivement de nature martensitique.

III - ANALYSE MATRICIELLE DE LA TRANSFORMATION

Nous avons mis en relief le processus martensitique qui donne une phase produit dont le plan d'accrolement est "h" proche de $(253)_{\text{cfc}}$ et nous avons conclu en disant que l'enrichissement se fait après le cisaillement. Cela implique évidemment la décomposition de la phase martensitique en ferrite bainitique (α). Si nous connaissons les relations d'orientation entre (α) et (γ), donc entre (α) et l'austénite mère γ , il n'en reste pas moins une question difficile à résoudre : les relations d'orientation entre $\alpha'_{420^\circ\text{C}}$ et γ sont-elles les mêmes que les relations entre (α) et γ à 420°C et finalement que les relations obtenues expérimentalement à 20°C ?

Nous insistons sur ce point car si l'on admet la conservation de ces relations, on peut utiliser la méthode graphique inverse de Liebermann que nous avons refusé d'employer au début de ce travail,

En outre, ce problème nous a été dicté par l'étude suivante : à trièdre de référence identique, le passage de $\frac{c}{a} = 1,08$ à $\frac{c}{a} = 1$ entraîne une variation d'angles entre plans de l'ordre de 4 degrés. Etant donné que, dans la matière, ce mouvement doit se faire suivant des critères rigoureux, nous avons réexaminé toute la transformation martensitique sous un aspect purement mathématique. Le résultat que nous nous fixons est la détermination exacte des

relations d'orientation qui existent à 420°C entre l'austénite mère et la martensite de transition.

Deux théories formelles de la transformation martensitique sont à notre disposition. La première a été proposée par Bowles Mackenzie (106) (53), l'autre par Wechsler, Read, Liebermann (85) (53). Nous n'utiliserons dans l'immédiat que la première d'entre elles. Les théories B.M. et de W.L.R. sont présentées en annexe. Ces auteurs ont élaboré des modèles mathématiques différents qui rendent compte de la transformation martensitique.

Bowles-Mackenzie partent des données suivantes. Les déplacements atomiques intervenant dans une transformation martensitique sont incompatibles avec une déformation homogène qui ne décrirait que le changement de forme dont est accompagné la formation d'une lamelle de martensite. Pour obtenir une description des déplacements atomiques conforme à la réalité on suppose qu'une seconde déformation engendre le réseau final dans son orientation observée sans causer de changement de forme extérieure. Dans ces conditions, la déformation ne peut pas être homogène à l'échelle de la 1^o transformation mais doit l'être à l'échelle sub-microscopique. La première transformation est composée d'une dilatation et d'une déformation à plan invariant. Dans l'hypothèse où la deuxième est également à plan invariant c'est un cisaillement simple, soit sur un plan de maillage soit dans une direction de maillage du réseau final. Les auteurs ont montré, en particulier, que la décomposition de la déformation totale en deux composantes se fait de façon unique.

1 - Modalités d'application de la théorie de Bowles-Mackenzie

Les hypothèses émises par ces auteurs entraînent que la seconde déformation est un cisaillement, soit sur un plan de maillage, soit suivant une direction de maillage du réseau produit. Dans notre cas particulier nous n'avons pas un cisaillement complémentaire de maillage mais un glissement suivant la

direction $[\bar{1}01]_Y$ c'est à dire $[\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$, ce qui est en parfait accord avec la deuxième proposition, d'autant plus qu'il est bien connu (15) que dans le fer le glissement s'opère aux températures élevées suivant des systèmes en zone avec $\langle 111 \rangle_\alpha$.

2 - Détermination du plan d'accrolement

Le calcul est développé suivant le schéma donné par Wayman (53). Nous l'avons poursuivi jusqu'à la septième décimale seulement afin d'éviter l'influence pernicieuse des coefficients élevés qui amplifient les erreurs sur les petits paramètres. Comme données initiales, nous utilisons :

$$\text{tg}\phi_i = 1,1100$$

$$\text{tg}\phi_F = 1,4541$$

Ces données ont été obtenues en prenant une valeur du rapport $\frac{c}{a} = 1,079$ très proche de celle qui résulte du lissage de courbe et qui s'écarte très peu des valeurs ϕ_i et ϕ_F lues sur le stéréogramme (moins de 1 minute).

Le calcul de $\eta_1 = \eta_2$ et de η_3 se fait à partir de

$$\text{tg}\phi_i = \frac{1 - \eta_3^2}{\eta_1^2 - 1} \quad \text{tg}\phi_F = \frac{\eta_1}{\eta_3} \quad \text{tg}\phi_i$$

a) - Calcul des lignes invariantes X_i

Le plan de cisaillement est $\vec{p}_2 = (1\bar{1}1)_{\text{cfc}}$

On doit avoir des lignes invariantes de composantes $x_1 \ x_2 \ x_3$ satisfaisant aux équations suivantes.

$$x_1^2 + x_2^2 + x_3^2 = 1 \quad (1)$$

$$x_1 - x_2 + x_3 = 0 \quad (2)$$

$$(\eta_1^2 - 1) x_1^2 + (\eta_2^2 - 1) x_2^2 + (\eta_3^2 - 1) x_3^2 = 0 \quad (3)$$

L'équation (1) représente la sphère unitaire, (2) le produit scalaire "ligne invariante. normale au plan". (3) est la condition d'intersection de la sphère unitaire initiale avec l'ellipsoïde de révolution produit par la déformation de BAIN (fBf). On obtient pour les valeurs de $\text{tg}\phi_i$ et $\text{tg}\phi_F$ données ci-dessus :

$$\begin{aligned} \vec{x}_1 &= \begin{bmatrix} -0,7396315 \\ -0,0703015 \\ +0,6693300 \end{bmatrix}_{\text{cfc}} \\ \vec{x}_2 &= \begin{bmatrix} +0,0703015 \\ +0,7396315 \\ +0,6693300 \end{bmatrix}_{\text{cfc}} \end{aligned}$$

b) - Calcul des normales invariante N_1 .

La direction de cisaillement est $\vec{d}_2 = [\bar{1}01]_{\text{cfc}}$.

Les normales, de composantes x'_1, x'_2, x'_3 , doivent satisfaire aux équations

$$x_1'^2 + x_2'^2 + x_3'^2 = 1 \quad (4)$$

$$-x_1' + x_3' = 0 \quad (5)$$

$$\left(\frac{1}{\eta_1} - 1\right) x_1'^2 + \left(\frac{1}{\eta_2} - 1\right) x_2'^2 + \left(\frac{1}{\eta_3} - 1\right) x_3'^2 = 0 \quad (6)$$

(5) représente le produit scalaire "normale invariante.direction $\vec{d}_2$."

(6) représente l'intersection de la sphère unitaire initiale avec l'ellipsoïde de révolution dû à la déformation inverse $(fBf)^{-1}$. On a alors :

$$\vec{N}_1' = (+ 0,5666455 \quad + 0,5981860 \quad + 0,5666455)_{cfc}$$

$$\vec{N}_2' = (+ 0,5666455 \quad - 0,5981860 \quad + 0,5666455)_{cfc}$$

c) - Choix de la ligne et de la normale invariante.

Ce choix est décisif dans la détermination du plan d'accolement calculé. L'observation de notre stéréogramme (*Fig. 52*) montre qu'il faut utiliser $\vec{X}_1$ et $\vec{N}_1$. On notera que les cosinus directeurs des composantes x_3 et x_3' sont respectivement les cosinus de Φ_i et Φ_F .

d) - Calcul du plan d'accolement

La déformation (fBf) s'écrit alors :

$$(fBf) = \begin{bmatrix} 1,1090220 & 0 & 0 \\ 0 & 1,1090220 & 0 \\ 0 & 0 & 0,8465817 \end{bmatrix}$$

$$\text{ensuite : } (fBf)^{-1} = \begin{bmatrix} 0,9016950 & 0 & 0 \\ 0 & 0,9016950 & 0 \\ 0 & 0 & 1,1812210 \end{bmatrix}$$

$$(fBf)^2 = \begin{bmatrix} 1,2299300 & 0 & 0 \\ 0 & 1,2299300 & 0 \\ 0 & 0 & 0,7167000 \end{bmatrix}$$

$$(fBf)^{-2} = \begin{bmatrix} 0,8130540 & 0 & 0 \\ 0 & 0,8130540 & 0 \\ 0 & 0 & 1,3952830 \end{bmatrix}$$

$$\vec{p}_2 = \begin{bmatrix} 0,577350 \\ -0,577350 \\ 0,577350 \end{bmatrix}$$

Par la méthode simplifiée proposée par Bowles-Mackensie (107) (53) on introduit une matrice de rotation R_1 , base f ,

$$R_1 = (\vec{x}_1, \vec{p}_2, \vec{u})$$

où les vecteurs unitaires $\vec{x}_1$, $\vec{p}_2$ et $\vec{u}$ définissent une base orthonormée. De même,

$R_2 = (\vec{x}_1, \vec{p}_2, \vec{v})$ où $\vec{x}_1$ et $\vec{p}_2$ sont les positions de la ligne invariante et de la parallèle à la normale au plan de cisaillement, après la déformation B.

On obtient ainsi

$$R_1 = \begin{bmatrix} -0,7396315 & +0,5773500 & +0,3458508 \\ -0,0703015 & -0,5773500 & +0,8134656 \\ +0,6693330 & +0,5773500 & +0,4676148 \end{bmatrix}$$

$$R_2' = \begin{bmatrix} -0,8202676 & -0,0779659 & +0,5666451 \\ +0,5187479 & -0,5187479 & +0,67956002 \\ +0,2409634 & +0,8513670 & +0,4659567 \end{bmatrix}$$

On peut introduire la déformation S_0 telle que

$$(fS_0f) = R_1 R_2' (fBf)$$

$$R_2' (fBf) = \begin{bmatrix} -0,9096948 & -0,0864659 & +0,4797114 \\ +0,5753028 & -0,5753028 & +0,5753031 \\ +0,2672337 & +0,9441847 & +0,3944704 \end{bmatrix}$$

La déformation rapportée à la base i définie par R_1 s'écrit

$$(iS_0i) = R_2' (fBf) R_1$$

on a

$$(iS_0i) = \begin{bmatrix} +1,0000042 & -0,1983298 & -0,1606356 \\ +0,0000017 & +0,9964534 & 0,0000000 \\ -0,000000006 & -0,1630902 & +1,0449449 \end{bmatrix}$$

$$(iSi) = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos\beta & -\sin\beta \\ 0 & \sin\beta & \cos\beta \end{bmatrix} (iS_0i)$$

$$(iSi) = \begin{bmatrix} 1 & -0,1983298 & -0,1606536 \\ 0 & 0,9964534 \cos\beta + 0,1630902 \sin\beta & -1,0449449 \sin\beta \\ 0 & 0,9964534 \sin\beta - 0,1630902 \cos\beta & 1,0449449 \cos\beta \end{bmatrix}$$

En utilisant la normale invariante $\vec{N}'_1$

$$\vec{N}'_1 = (+0,5666455 \quad + 0,5981860 \quad + 0,5666455)$$

rapportée dans le base i par la matrice de rotation r'_1 nous obtenons

$$\vec{N}'_{1i} = \begin{bmatrix} -0,0818877 \\ +0,3089429 \\ +0,9475503 \end{bmatrix}$$

Par définition de (iSi), on doit avoir

$$\vec{N}'_{1i} (iSi) = \vec{N}'_{1i}$$

Cette équation permet de déterminer $\sin\beta$ et $\cos\beta$ qui doivent donner, si le choix des éléments de départ du calcul est correct, la même valeur de β

$$\begin{array}{lll} \text{On a} & \cos\beta = +0,989906 & \text{avec } \beta = 8^\circ 9' \\ & \sin\beta = +0,141707 & \text{avec } \beta = 8^\circ 9' \end{array}$$

Cet accord est excellent. Il justifie le choix de la septième décimale comme limite des approximations.

L'angle β est l'angle de rotation du plan de normale p'_2 ayant subi une rotation par S.

La déformation S dans la base i s'écrit alors sous la forme :

$$(iSi) = \begin{bmatrix} 1 & -0,1983298 & -0,1606356 \\ 0 & +1,0095062 & -0,1480760 \\ 0 & -0,0202396 & +1,0343972 \end{bmatrix}$$

et, après retour dans la base initiale par $(fSf) = R_1 (iSi) R'_1$

$$(fSf) = \begin{bmatrix} +1,0994579 & -0,0470360 & +0,1049612 \\ +0,0385277 & +1,1061184 & +0,0537182 \\ -0,1401297 & -0,0649847 & +0,8383322 \end{bmatrix} = S$$

Au cours du calcul de $(fSf)^{-1}$ on obtient

$$\Delta V = 1,0412389$$

Cette valeur peut être comparée à la valeur $\Delta V = 1,0412$ que donne la suite de l'étude stéréographique.

$$(fSf)^{-1} = \begin{bmatrix} +0,8939212 & +0,0313193 & -0,1139279 \\ -0,0382491 & +0,8993316 & -0,0528380 \\ +0,1464566 & +0,0749483 & +1,1697054 \end{bmatrix}$$

Le plan d'accrolement est défini par sa normale

$$\vec{p}_1' = (0,3188670 ; 0,8392180 ; 0,4404850)$$

On a effectivement $\vec{p}_1' \neq \vec{p}_2'$ et $\vec{p}_1' \neq \vec{p}_2'^{-1}$ (106) qu'on peut comparer avec $\vec{p}_1'$ expérimental

$$\vec{p}_1' \text{ exp} = (0,033381 ; 0,82413 ; 0,46175)$$

$\vec{p}_1'$ calculé vaut $71^\circ 24' ; 32^\circ 56' ; 63^\circ 52'$

$\vec{p}_1'$ expérimental, $70^\circ 30' ; 34^\circ 30' ; 62^\circ 30'$

L'écart des composantes est inférieur ou égal à $1^\circ 30'$.

Rappelons que $(253)_{\text{cfc}}$ correspond à

$$71^\circ 04' ; 35^\circ 48' ; 60^\circ 53'.$$

Le produit scalaire de la normale calculée par la normale expérimentale est égal à 0,999560 ce qui correspond à $1^\circ 30'$. Nous avons représenté sur la figure 54, h_{cal} et h_{exp} .

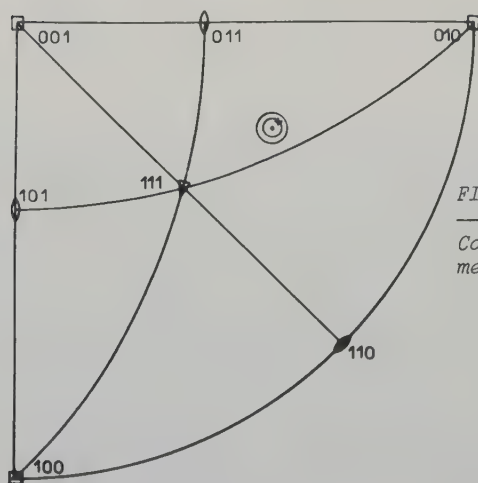


FIGURE 54

Comparaison du plan d'accrolement expérimental avec le plan calculé.

● = plan h expérimental, $\frac{c}{a} = 1,074$

✕ = plan h calculé, $\frac{c}{a} = \frac{a}{1,079}$

avec $tg \Phi_i = 1,1100$

$tg \Phi_F = 1,4541$

Nous observons un bon accord entre le calcul et l'expérience.

3 - Calcul de l'angle de cisaillement critique.

La direction de déformation, après normalisation, est

$$\vec{d}_1 = \begin{bmatrix} + 0,2043963 \\ + 0,5641876 \\ - 0,7999468 \end{bmatrix}$$

On vérifie que la relation $\vec{d}_1 \neq \vec{d}_2$ et $\vec{d}_1 \neq S \cdot \vec{d}_2$ est également vérifiée (106)

Le facteur de normalisation est égal à

$$m_1 = 0,2213861.$$

Il représente l'amplitude de la déformation.

L'amplitude du cisaillement complémentaire, non homogène, est déterminée par

$$\vec{d}_2 = \frac{\vec{y} - S^{-1} \cdot \vec{y}}{\vec{p}_2' \cdot S^{-1} \cdot \vec{y}} ; \quad S \text{ représente (fSf)}$$

$\vec{y}$ est un vecteur produit $010 \wedge \vec{p}_1'$

$$\vec{d}_2 = \begin{bmatrix} + 0,1480897 \\ 0 \\ -0,1480898 \end{bmatrix}$$

Ce vecteur n'est pas normalisé. Le facteur de normalisation est égal à m_2 et, après normalisation, on a bien

$$\vec{d}_2 = \begin{bmatrix} + 0,70710699 \\ 0 \\ -0,70710699 \end{bmatrix}$$

$$\text{avec } m_2 = 0,2094304$$

$$\text{et } m_2 = 2 \operatorname{tg} \alpha$$

$$\alpha = 5^\circ 59'$$

On retrouve la valeur initialement calculée avec des valeurs de η_i légèrement différentes.

Il en résulte que :

- une légère variation des η_i n'entraîne pas une fluctuation sensible de l'angle α .
- la petite incertitude sur $\frac{c}{a}$, 1,079 au lieu de 1,074, n'affecte pratiquement en rien le plan d'accolement qui reste déterminé à $\pm 1^\circ 30'$ près.
- un angle ϕ_F plus grand de quelques minutes, donc encore compris dans la marge d'erreur nous aurait donné un plan d'accolement identique au plan d'accolement expérimental. Cela confirme la valeur $\frac{c}{a}$ extrapolée égale à 1,081.

4 - Relations d'orientation probables entre la phase fugace et l'austénite.

Nous avons relevé les relations de W - N entre la ferrite bainitique et l'austénite mère :

$$\begin{aligned} (111)_{\text{cfcc}} // (011)_{\text{cc}} \\ [\bar{1}\bar{1}2]_{\text{cfcc}} // [0\bar{1}1]_{\text{cc}} \\ [1\bar{1}0]_{\text{cfcc}} // [100]_{\text{cc}} \end{aligned}$$

a) - Relations entre plans.

Si $(111)_\gamma$ devenu $(011)_\alpha$, après transformation est parallèle à $(111)_\gamma$, la relation d'orientation est observée. Pour la vérifier il suffit de faire le produit scalaire de $\frac{1}{\sqrt{3}} (111)_\gamma \cdot (\text{fSf})^{-1}$ normalisé et de $\frac{1}{\sqrt{3}} (111)_\gamma$. Ce produit, cosinus de l'angle entre ces deux plans vaut :
 $P_s = 0,99999855$, ce qui donne un angle de $0^\circ 2'$.

b) - Relations entre directions.

De la même manière, d'après W.N., la direction $[\bar{1}\bar{1}2]_\gamma$ devenue $[0\bar{1}1]_\alpha$, après transformation doit être parallèle à $[\bar{1}\bar{1}2]_\gamma$. Le produit scalaire entre $\frac{1}{\sqrt{6}} (\text{fSf}) \bar{1}\bar{1}2$ normalisé et $\frac{1}{\sqrt{6}} \bar{1}\bar{1}2$ vaut $P_s = 0,9982179$, ce qui correspond à un angle de $3^\circ 25'$.

Nous n'avons pas un parallélisme très précis entre les directions.

5 - Comparaison avec les résultats obtenus par application de la théorie W.L.R. (85).

La théorie B.M. introduit un paramètre de dilatation qui est une matrice additionnelle de la forme

$$\delta \propto \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}$$

L'existence de ce paramètre permet une adaptation plus précise des valeurs calculées aux résultats expérimentaux. Cela implique la variation de la déformation à ligne invariante $S = \delta.RB$.

Afin d'avoir des éléments de comparaison supplémentaires, nous avons également utilisé la théorie W.L.R. qui n'envisage pas l'emploi de δ . La théorie de W.L.R. donne des résultats plus complets mais dans l'ensemble, les deux théories donnent des résultats identiques. En général, on applique la théorie B.M. car bien que plus abstraite, elle reste facile sur le plan du calcul numérique.

Nous donnons ci-dessous les résultats du calcul développé en annexe.

$$g = 0,2094153$$

$$\alpha = 5^{\circ}59'$$

$$\vec{p}'_1 = (0,318849 ; 0,839227 ; 0,440493)$$

$$\theta = 8^{\circ}19'.$$

L'angle θ est normalement différent de β (angle de la théorie B.M.) mais ici il est presque identique car le vecteur $\vec{p}'_2$ est pratiquement dans le plan d'accolement. Il correspond à la rotation autour de l'axe $\vec{U}$ et nous avons déterminé par voie stéréographique une rotation de $8^{\circ}30'$ à 9°

$$\vec{U} = \begin{bmatrix} -0,422352 \\ +0,866265 \\ +0,266973 \end{bmatrix}$$

l'axe $\vec{U}$ expérimental est

$$\vec{U}_{\text{exp.}} = \begin{bmatrix} - 0,43051 \\ + 0,85717 \\ + 0,27564 \end{bmatrix}$$

$U_{\text{calculé}}$ correspond à

$$- 65^{\circ}1' ; 29^{\circ}58' ; 74^{\circ}31'$$

$U_{\text{expérimental}}$ correspond à

$$- 64^{\circ}30' ; 31^{\circ} ; 74^{\circ}$$

cet écart est très faible et de l'ordre de l'erreur expérimentale habituelle sur l'axe $\vec{U}$.

La direction $\vec{d}_1$ non normalisée est

$$\vec{d}_1 = \begin{bmatrix} + 0,045255 \\ + 0,124925 \\ - 0,177225 \end{bmatrix}$$

avec le facteur de normalisation m_1 qui est

$$m_1 = 0,221502.$$

$$\vec{d}_1 = \begin{bmatrix} + 0,204310 \\ + 0,563990 \\ - 0,800106 \end{bmatrix}$$

Les légers écarts par rapport aux résultats provenant de l'application B.M. sont dûs au fait que nous avons utilisé 6 décimales au lieu de 7.

Le calcul s'apparente à celui que permet la première théorie.

6 - Décomposition, à 420°C, de la martensite fugace en ferrite bainitique.

Quand on revient sur les paragraphes précédents on trouve de nombreuses et importantes remarques à faire :

a) - Bien entendu, il faut tout d'abord souligner l'excellent accord général entre les résultats expérimentaux et les résultats théoriques.

b) - Il faut mettre l'accent sur le fait qu'une petite incertitude sur la valeur de $\underline{c}$ n'entraîne pas une grande indétermination sur le plan d'accolement. De toutes^a manières, cette fluctuation se situe dans une zone centrale, plus petite que la zone générale de dispersion des plans h expérimentaux observés. Rappelons que la majorité de ces plans sont effectivement centrés dans un cône de demi-angle de $1^{\circ}30'$. Les autres, sauf 2, se situent dans un cône de $1/2$ angle $2^{\circ}30'$.

c) - On peut cependant noter une contradiction dans le léger écart entre les relations d'orientation. Bien sûr, on reconnaît habituellement l'existence d'un léger écart entre les directions mais nous pensons que la différence de l'ordre de 3 à 4 degrés provient de la décomposition $\alpha' \rightarrow (\alpha)$.

En définitive, la décomposition de la martensite transitoire en ferrite bainitique entraîne une rotation autour de la normale aux plans $(111)_{\gamma}$ donc autour de la normale aux plans $(011)_{\alpha'}$. Autrement dit, quand la phase quadratique centrée perd sa tétragonalité, ces plans restent parallèles mais les directions qu'ils contiennent tournent autour de la normale.

En conséquence, dans le calcul relatif aux relations d'orientation, on devra ajouter une matrice rendant compte de la réaction $\alpha' \rightarrow (\alpha)$. Il ne s'agit absolument pas de l'utiliser pour le calcul de $\vec{p}_1'$, normale au plan d'accolement, puisque "h" intervient exclusivement dans la transformation martensitique. La décomposition vient ensuite et n'altère pas le plan d'accolement.

Nous écrivons la matrice additionnelle de rotation $\alpha' \rightarrow \alpha$ sous la forme R_A avec

$$R_A = \begin{bmatrix} +0,9987500 & -0,034624 & +0,035870 \\ +0,0358700 & +0,998750 & -0,034624 \\ -0,0346240 & +0,035870 & +0,998750 \end{bmatrix}$$

7) - Considérations sur le paramètre " δ ".

Nous avons vu que les paramètres " a " et " c " de la martensite sont fonction de la température dans un intervalle compris entre 20 et -195°C . Le paramètre δ permet de réaligner le plan d'accrolement expérimental et le plan d'accrolement calculé. Puisque les observations se font à la température ambiante, on peut se poser la question de la validité d'emploi de la matrice $\delta \times (1)$. Aussi proposons nous une matrice diagonale formée de rapports rendant compte des variations relatives des coefficients de dilatation des paramètres des mailles de la martensite et de l'austénite mère. Cette représentation, issue de considérations expérimentales, est en plein accord avec les hypothèses de Mehl et Van Winkle (108) qui suggèrent une influence de la température sur le passage $\{225\}_{\text{cfc}}$ à $\{259\}_{\text{cfc}}$ ainsi que sur les facteurs thermodynamiques rendant compte de la transformation martensitique.

IV - PLAN DE TRAVAIL PROPOSE POUR LA DETERMINATION DU PLAN D'ACCOLEMENT ET DES RELATIONS D'ORIENTATION A PARTIR DES BASES EXPERIMENTALES.

1 - Recherche du rapport $\frac{c}{a}$.

Pour prévoir la valeur probable de la tétragonalité à la température de transformation il faut étudier la variation de ce rapport entre $+20^\circ\text{C}$ et -195°C pour chaque alliage puisque les paramètres a et c sont fonction non seulement de la teneur en carbone, mais aussi de la nature des éléments

d'allige et de leur teneur. On peut aussi, dans la mesure du possible, voir quelles sont les variations du paramètre a_0 de l'austénite en fonction de la température.

2 - Analyses stéréographique et mathématique.

a) - Déterminer les éléments du cisaillement complémentaire à partir du plan "h", en n'omettant aucune équivalence possible.

b) - Retrouver le plan d'accolement ou un pôle très proche à partir des valeurs a_α , c_α , a_0 à la température choisie.

c) - Faire une recherche systématique ou simplement un affinage des résultats obtenus en a) ou en b) par calcul effectué sur ordinateur.

Dans toute cette série de recherches, il ne faut pas oublier que la température de réaction doit être inférieure à T_0 .

3 - Exemples d'applications.

Nous avons traité de nombreux cas, mais nous n'en citerons que quelques uns.

a) avec $\frac{c}{a} = 1,078$ et $\Delta V = 1,042$

$$\vec{p}_2' = (1\bar{1}1)$$

$$\vec{d}_2 = [\bar{1}01]$$

$$\vec{p}_1' = 0,2880085 ; 0,732272 ; 0,6171138.$$

donc très proche de $(254)_{cfc}$

b) de même avec $\Delta V = 1,04$ $\frac{c}{a} = 1$

$$\vec{p}_2' = (111)$$

$$\vec{d}_2 = [\bar{1}\bar{2}1]$$

on obtient

$$\vec{p}_1' = 0,65600 ; -0,48480 ; 0,58800$$

ce dernier pôle est à 7° de $1\bar{1}1$ cfc

c) avec $\Delta V = 1,02$ $\frac{c}{a} = 1$

on obtient avec les mêmes éléments de cisaillement que précédemment :

$$\vec{p}_1' = 0,60180 ; -0,58800 ; 0,54460$$

V - SCHEMA POSSIBLE DE LA PREMIERE ETAPE DE LA TRANSFORMATION BAINITIQUE.

Le schéma global, peut donc se présenter sous la forme suivante :

a) - Transformation martensitique donnant une martensite fugace.

b) - Décomposition de cette martensite fugace.

Enrichissement en carbone de l'austénite environnante.

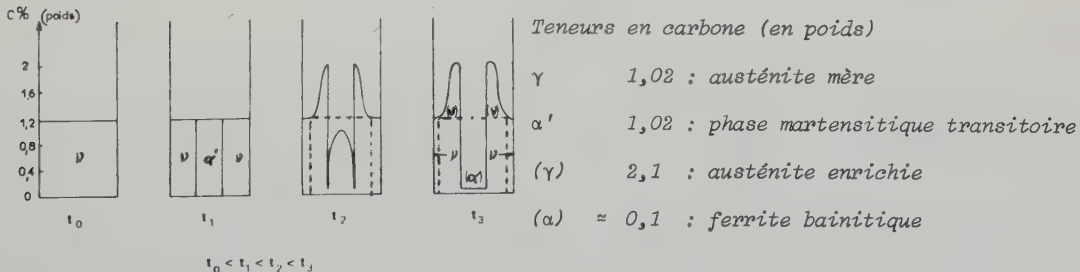


FIGURE 55

Schéma de l'enrichissement de l'austénite par redistribution du carbone pendant la formation d'une lentille de ferrite bainitique.

Nous avons reproduit sur *la figure (55)* le processus décrit ci-dessus. Au temps t_0 , l'austénite mère est vierge mais, par suite d'un phénomène extérieur, à t_1 , il se forme une lentille martensitique de même composition que l'austénite d'homogénéisation. Au temps t_2 , l'aiguille de martensite s'est déjà partiellement décomposée et il est probable que le gradient de concentration au sein de cette ex-aiguille de martensite soit une fonction de température. Enfin au temps t_3 apparaît l'aiguille de ferrite bainitique associée à son cordon enrichi. Ce dernier ne sera pas uniformément réparti autour de l'îlot ferritique car l'enrichissement se fait compte tenu des relations d'orientation.

Dans ces conditions, la cinétique est celle de l'enrichissement de l'austénite. Elle ne représente pas celle de la transformation martensitique elle-même qui doit se faire dans les conditions habituelles. Ainsi, dans toutes les réactions bainitiques observées dans les alliages que nous avons étudiés, la cinétique globale est-elle en relation directe avec l'austénite mère et c'est bien ce que nous avons déduit.

Essai d'interprétation fondé sur la présence des champs de contraintes au voisinage d'une lentille déjà formée.

Au microscope métallographique, nous avons constaté que la ferrite apparue au cours de la première étape présente une structure de Widmanstätten. Les aiguilles de ferrite se disposent suivant des directions privilégiées. Un examen approfondi de ces microstructures indique que ces zones ferritiques sont constituées de chapelets de lentilles ce qui est confirmé par l'observation de lames minces au microscope électronique (*fig.32*). En outre, la direction d'un alignement de cellules est différente de la trace au plan d'accolement des lentilles composantes (*fig.56*). Ces dernières ont d'ailleurs toutes la même relation d'orientation (W-N) dans un grain d'austénite.

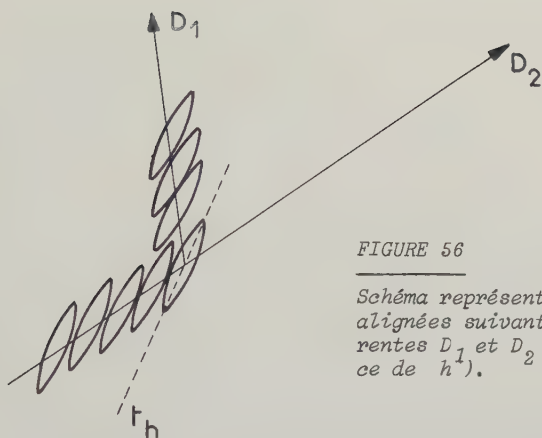


FIGURE 56

Schéma représentant les lentilles (α) alignées suivant deux directions apparentes D_1 et D_2 différentes de t_h (trace de h).

L'alignement observé n'est pas dû à une croissance au hasard des cellules ferritiques. On peut penser à une croissance "ordonnée" sous l'action d'un champ de contraintes.

Reprenons le schéma, de formation de la ferrite bainitique (fig. 57).

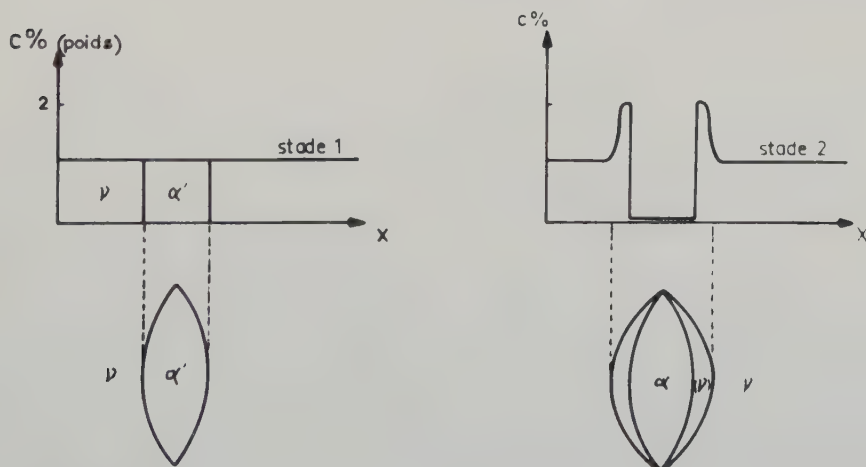


FIGURE 57

Correlations entre les teneurs en carbone des différentes phases et leur morphologie.

Une lentille de martensite crée, dans la matrice austénitique, un champ de contraintes qui limite ses dimensions : en effet, la martensite, moins dense que l'austénite, exerce sur celle-ci un champ de compression qui la stabilise. Dans cette étape de transformation à caractère martensitique (stade 1) la réaction est limitée.

Ensuite, la martensite se décompose. A 420°C, la diffusion du carbone dans l'aiguille martensitique est rapide et on constate bien un enrichissement de l'austénite environnante (stade 2). Cette dernière constitue une enveloppe autour de la lentille de ferrite ce qui modifie fondamentalement le champ de contraintes au voisinage de cette aiguille.

On peut penser que ce nouveau champ de contraintes a deux origines :

- la forme du "précipité" (ferrite bainitique avec son cordon formé de (γ)).
- la ferrite stabilisée a un volume spécifique supérieur à celui de (γ) , lui même plus grand que celui de l'austénite mère.

En gros, on peut invoquer un champ de déformation analogue à celui que crée un indenteur. Parmi les lignes de glissement qui partent du précipité certaines sont tangentes à la direction du cisaillement complémentaire de la phase mère. La transformation $\gamma \rightarrow \gamma'$ devient possible car elle est favorisée. Les deux axes de glissement constituent les directions d'alignement observées en microscopie optique.

Ce processus n'est valable que pour la fin de la première période et la deuxième période de la première étape, c'est-à-dire à partir du moment où l'austénite atteint localement sa saturation. Cela concorde avec l'ensemble de nos observations. On peut se demander alors quel est le processus de la première période. Là aussi il y a cisaillement mais en des régions privilégiées, bien déterminées, comme cela se passe dans une transformation martensitique. La première période est directement liée à la création d'îlots bainitiques responsables de ces zones enrichies. C'est seulement

par la suite que la direction de croissance apparente matérialise la future structure de Widmanstätten. La multiplication des îlots ferritiques et de leur gaine d'austénite enrichie est responsable d'un champ de déformation qui à longue distance, se traduit par une résultante de compression qui stabilise l'austénite et réduit en proportion l'influence des composantes favorables au cisaillement. Cela explique le ralentissement de la réaction à la fin de la deuxième période. L'action du silicium est donc particulièrement bénéfique puisqu'elle permet de retarder au maximum la précipitation des carbures qui apparaissent peu après, ou pendant l'enrichissement dans la réaction habituelle rencontrée dans d'autres alliages.

Nous nous gardons d'aborder le problème du début de la transformation bainitique. En effet, nous pensons qu'il est identique à celui de la germination de la martensite. J.Pomey (36) a fait appel à des fluctuations de concentrations locales, ce qui semble probable : nous y ajouterons également l'hypothèse de l'influence possible des contraintes thermiques.

La transformation bainitique peut donc être interprétée comme une transformation de type martensitique dont l'avancement se fait par l'intermédiaire des champs de contraintes liés à l'enrichissement de l'austénite et à la transformation $\alpha' \rightarrow \gamma$. On arrive ainsi à un processus de cisaillement à répétition ce qui est finalement l'hypothèse émise par Tsuya (22).

VI - INFLUENCE DU SILICIUM.

Nous avons vu qu'à taux de silicium constant, la réaction de la première étape est d'autant plus rapide que la teneur en carbone est plus faible. Nous avons essayé de suivre au microscope l'avancement de la transformation dans un acier à 1,4 % C et 1 % Si (alliage H). La figure (58) montre que la transformation est très rapide. Après 7 minutes de maintien à 420°C, elle est déjà très avancée. On discerne plusieurs formes de précipités très différentes les uns des autres. Le caractère commun à ces structures est leur extrême finesse.

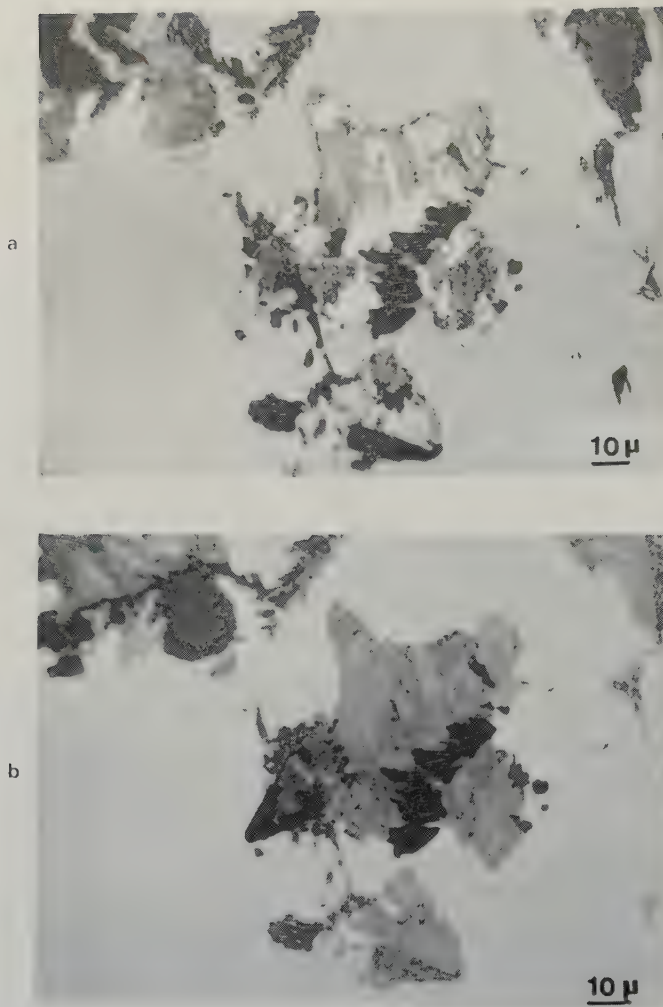


FIGURE 58

Aspects micrographiques de l'alliage H (1,4%C : 1%Si) après 7 mn de maintien à 420°C.

- a) Lumière polarisée
- b) Lumière naturelle : le fond blanc est constitué de martensite et d'austénite, les plages grises sont constituées de carbures fins et de ferrite.

D'une part on observe au voisinage du joint de grain de l'ex-austénite mère de fines aiguilles qui se sont formées à partir de ce joint au milieu d'un grain de phase mère ; d'autre part, on observe des structures très différentes : une structure en "plume" (feathery (12)) très proche de la structure de la perlite mais avec une orientation uniforme malgré l'interface déchiquetée, et à côté, plusieurs grains plus ou moins aciculaires qui sont eux-mêmes des agrégats très fins de précipités dans une matrice de type α . L'aspect lamellaire a été très rarement rencontré. L'ensemble est surtout constitué de plages uniformément grises.

Nous insisterons sur un autre aspect, lui aussi rarement rencontré dans cet alliage après maintien à 420°C. Sur *la figure (58)* on voit une plage d'aspect troostitique qui conduit à se demander si les "rognons" rencontrés à l'issue de maintiens isothermes, ont une formation identique à celle des rognons obtenus par trempe conventionnelle.

Ainsi on retrouve le même résultat que pour l'alliage Fe-C (1%)-Si (3,9 %) traité à 480°C. Cette différence de température s'explique par la différence des températures T_0 des deux alliages. Pour l'alliage à 1,4 % C et 1 % Si la température T_0 est inférieure à 420°C.

Dans le cas de l'alliage H, un maintien isotherme très prolongé à 420°C, provoque l'apparition d'une structure représentée par *la figure (59)*. On retrouve un aspect déchiqueté, à petits grains plus ou moins aciculaires, avec précipitation de carbures fins.

Une observation plus minutieuse montre qu'il y a cependant des carbures qui semblent être plus gros que ceux que l'on observe en début de réaction. Nous pensons qu'il s'agit d'une évolution des carbures au cours du maintien.

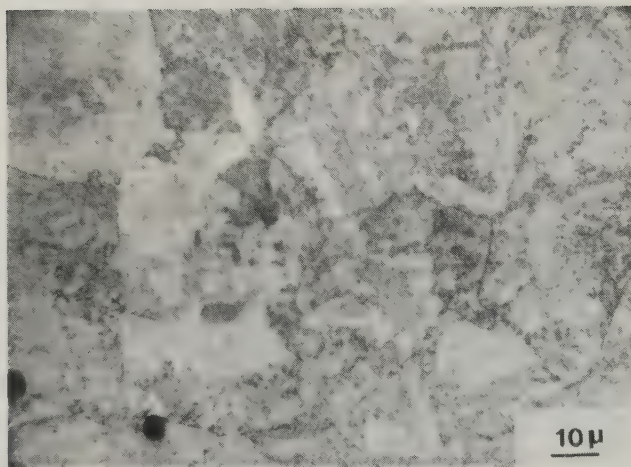


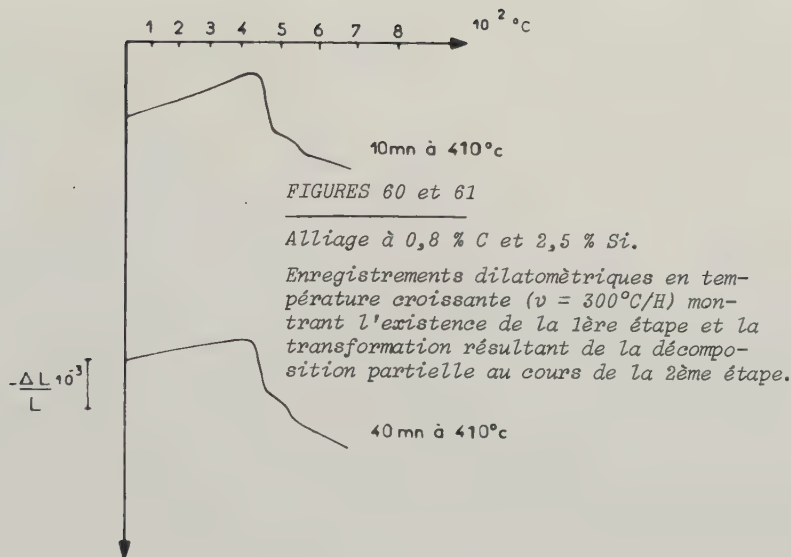
FIGURE 59

Aspect de la structure, dans l'alliage H, après réaction totale à 420°C : toute la plage est constituée de ferrite et de carbures.

Nous avons également porté nos recherches sur un alliage à 0,8 % C et 2,5 % Si. A 400 °C, la première étape dure 10 minutes seulement *figure (60)*. Il faut se rappeler que plus la température est basse, plus le temps est long. Dans le cas de cet alliage, on a effectivement un temps très court, à la température de 410°C au lieu de 420°C.

Pour un alliage de teneur en carbone sensiblement identique, mais à 3,9 % Si, la durée à 420°C de la première étape est de l'ordre de 15 minutes.

A fortiori, il est plus long à 410°C. On ne peut donc imputer cette différence de durée qu'à une teneur en silicium différente. Cet élément d'alliage est donc comme le carbone lui-même un ralentisseur de la réaction. En outre, la deuxième étape se déroule aussi assez lentement *figure (61)*.



Enfin, nous avons également étudié des alliages contenant 1 % de carbone et 4,2 % de silicium après maintien bainitique isotherme à 420°C. Nous avons retrouvé l'existence de la première étape. Cependant après 60 heures de maintien, l'échantillon est inutilisable car il est complètement déformé. Il présente une multitude de microfissures orientées suivant la largeur : la déformation est totalement différente de celle que produit une trempe martensitique qui provoque l'apparition d'une forme "selle de cheval" sur le même type de plaquette (58).

En conclusion : Le silicium permet d'étudier un type d'évolution bainitique ; les facteurs importants de cette évolution sont avec la température, les teneurs en carbone et en silicium. De plus l'influence des contraintes a été clairement mise en évidence.

L'austénite enrichie est provisoirement stabilisée à la fois par sa sursaturation en carbone et par une accumulation de contraintes. En outre, la teneur en carbone est de l'ordre de 2,1 % donc très proche de 2,06%

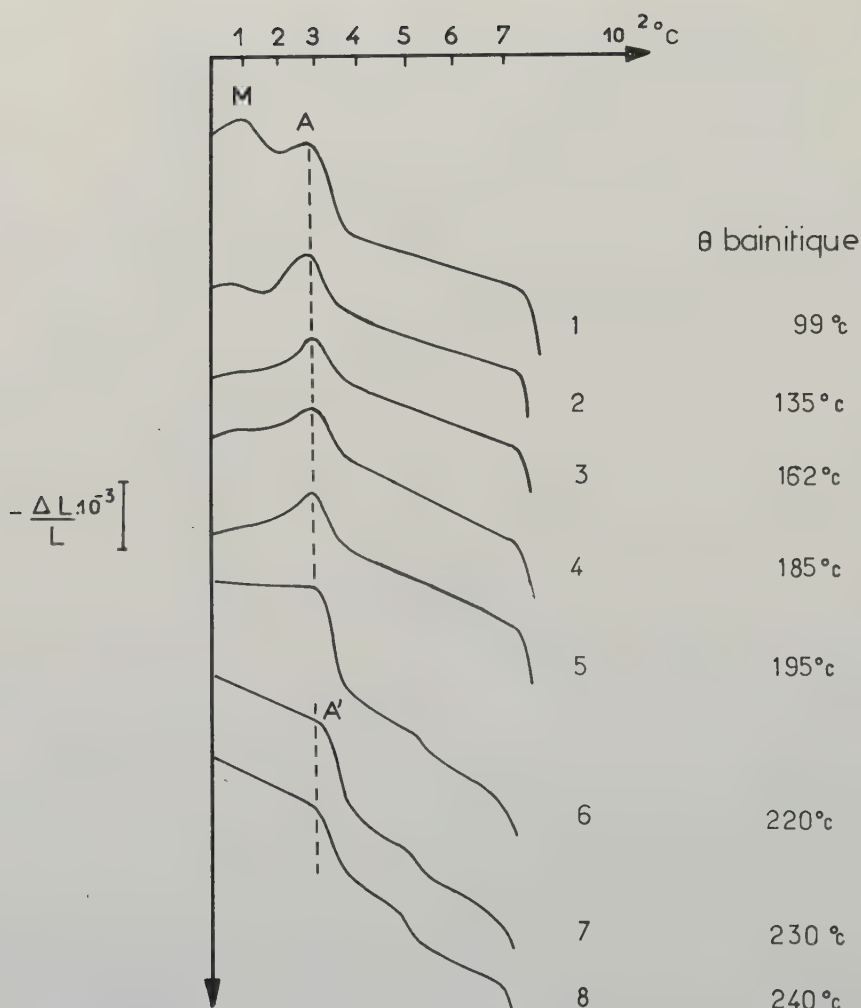


FIGURE 62

Alliage Fe - C ($\gamma_{1135^{\circ}\text{C}}$ à 1,9 % C).

Enregistrements dilatométriques (500 $^{\circ}\text{C}/\text{H}$) après maintien bainitique de 18 heures à différentes températures.

qui est la saturation maximale dans un Fe-C à 1.147°C. Il était donc intéressant d'essayer d'obtenir le même phénomène sur des alliages sans Si, en opérant sur des alliages Fe-C à 2,1 ou 2,3 % C. Comme la température T_0 devient très basse, nos recherches ont porté sur des transformations bainitiques isothermes à des températures comprises entre 100 et 250°C. Le schéma du traitement thermique est le suivant :

- maintien de 40 minutes sous vide, à 1.135°C.
- trempe dans l'huile
- maintien bainitique isotherme de 18 heures
- trempe dans de la saumure à -5°C.
- retour à l'ambiante.

La durée de réaction a été fixée à 18 heures. Nous avons reproduit sur les figures (62) (63) les enregistrements dilatométriques effectués après traitement thermique. On observe plusieurs faits :

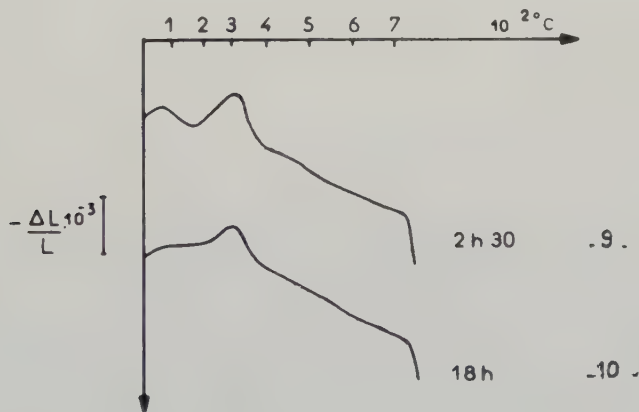


FIGURE 63

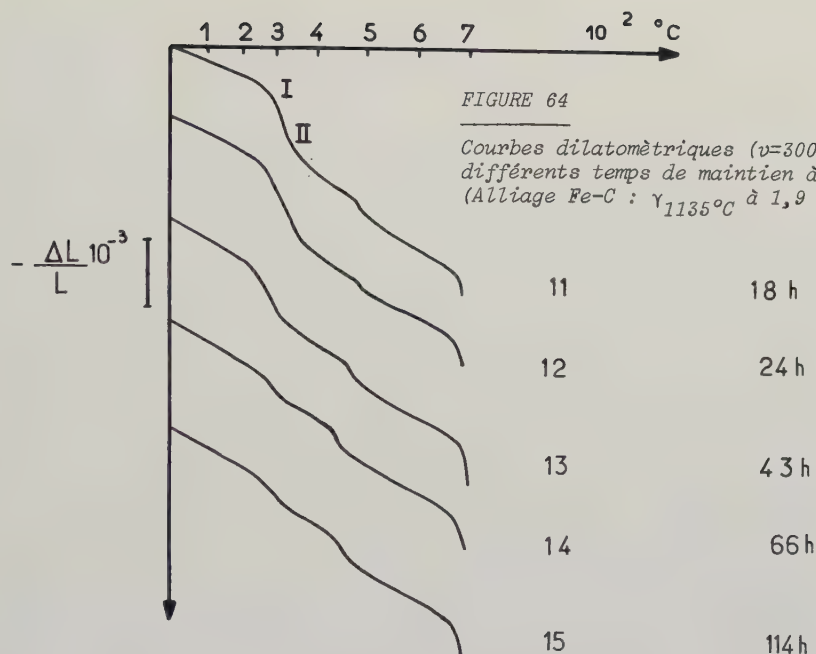
Enregistrements dilatométriques ($v = 300^\circ\text{C}/\text{H}$)
après maintien bainitique à 185°C (alliage
Fe-C : $\gamma_{1135^\circ\text{C}}$ à 1,9 % C).

1) Sur les courbes 1, 2, 3, 4, on note la disparition progressive du point M c'est-à-dire, finalement, de la martensite. Par contre le point A représentant la fin de décomposition de l'austénite non transformée est toujours présent. En particulier sur la courbe 5 on a bien une dilatation avant l'expansion brutale due à la désintégration de l'austénite. On peut donc conclure à l'existence d'une austénite stabilisée. De plus, le choix de la température d'austénitisation permet d'approcher de très près la saturation de 2% C. Il est évident que l'on ne peut pas aller très au-delà de cette teneur. La comparaison entre les courbes 1 et 5 ne peut-être expliquée que par une valeur élevée du taux des contraintes stabilisant l'austénite. Cela est d'ailleurs confirmé par la température de décomposition qui reste toujours la même.

2) L'évolution des courbes 5, 6, 7, 8, montre l'apparition progressive de carbure ϵ au détriment de la phase stabilisée. Bien que le traitement thermique soit différent, on retrouve les phénomènes observés au cours de revenu, car la température de décomposition de carbure ϵ (point A') correspond sensiblement à celle du revenu de l'austénite.

3) D'après les courbes 9 et 10, la stabilisation de l'austénite est très lente. On peut cependant prévoir une formation de carbure ϵ durant le processus de stabilisation.

La figure (64) représente l'évolution des revenus après différentes durées de maintien à 235°C. (courbes 11, 12, 13, 14, 15). La contraction due à la décomposition du carbure ϵ est de plus en plus petite et la pente de la courbe entre les points 1 et 2 devient plus faible. Ces remarques mettent en évidence le fait que les carbures évoluent vers une forme stable : la cémentite. Cela mérite une attention particulière car on ne peut préciser avec certitude la fin de la réaction bainitique dans la mesure où on se donne le critère suivant : "La transformation bainitique est achevée lorsque l'austénite (mère ou stabilisée) est complètement transformée".



4) Nous avons observé que la courbe TTT (i) se déplace vers les temps élevés quand on abaisse la température. Il est probable qu'à 230°C l'austénite soit stabilisée au bout d'un temps inférieur à 18 heures. De ce fait, la durée de maintien étant identique, une partie seulement du carbure ϵ précipite au début de la réaction ; le reste apparaît après la stabilisation de l'austénite restante. Bien qu'il soit exclu d'aborder le problème de cette transformation on peut dire que la réaction se fait d'une manière toujours identique, à partir d'une austénite quasi-saturée, mais avec une cinétique fonction du taux de contraintes. En effet, on ne peut envisager une précipitation de carbure ϵ à partir de l'austénite, saturée ou non (13). D'ailleurs quelques observations effectuées sur lames minces montrent une précipitation fine de ce carbure dans la ferrite même.

CHAPITRE V

EVOLUTION DE LA TRANSFORMATION BAINITIQUE

AU COURS DE LA DEUXIEME ETAPE

I - ETUDE DILATOMETRIQUE.

Nous avons effectué cette étude surtout sur l'alliage "B" (1,02 % C 3,9 % Si) dont la structure ferrito-austénite est obtenue après 30 minutes de maintien à 420°C. Pour suivre l'évolution de l'ensemble (α)-(γ) nous avons fait appel à la dilatométrie différentielle. La *figure (65)* représente quelques enregistrements effectués à 420°C après des durées de maintien croissantes. On observe les faits suivants :

- 1) l'austénite enrichie se décompose en θ_1 avec contraction.
- 2) La température θ_1 de l'ordre de 470°C est relativement constante.
- 3) La pente initiale P devient de plus en plus faible.

1) Le fait d'avoir une décomposition de (γ) par contraction peut paraître surprenante puisque, dans la majorité des cas, on a, au contraire, une expansion. On ne peut attribuer ce fait ni au taux de carbone de l'austénite enrichie ni à son état "stabilisé" par des contraintes. En outre, si on se réfère aux structures bainitiques obtenues dans un alliage Fe-C à 195°C (chapitre IV *fig.62* courbe 5) on observe aussi de l'austénite stabilisée par contraintes, mais celle-ci se décompose avec une expansion ce qui est classique.

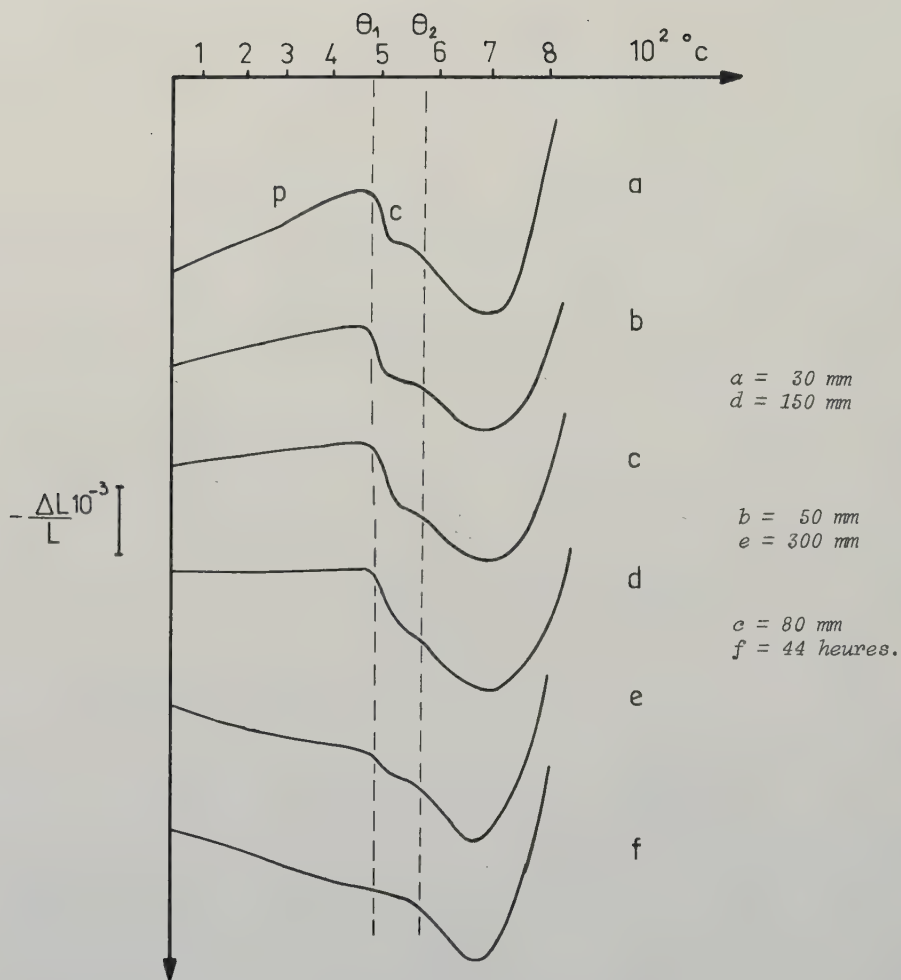


FIGURE 65

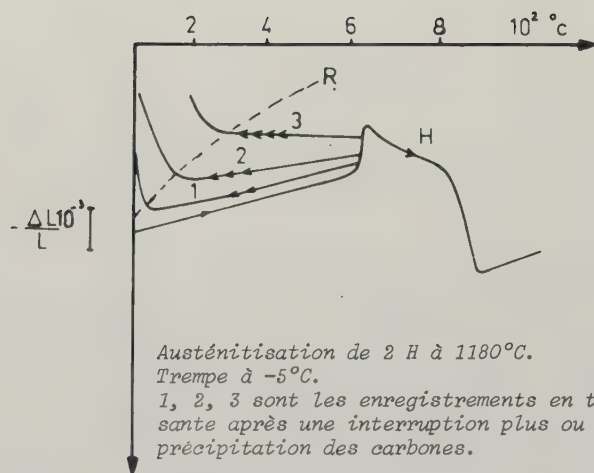
Alliage à 1,02 % C et 3,9 % Si

Enregistrements dilatométriques pour différentes durées de maintien à 420°C ($v = 300^\circ\text{C/H}$)

De plus dans un alliage Fe-C se forme soit le carbure ϵ soit la cémentite Fe_3C . Nous avons déjà signalé que le ou les carbures qui précipitent pendant la deuxième étape ne sont ni de type ϵ ni de type Fe_3C . On ne peut donc conclure qu'en attribuant cette contraction à la formation d'autres carbures ou de silicocarbures. Cette remarque est en plein accord avec les résultats obtenus par J. POMEY dans ses alliages (35) (36).

2) Si la température θ_1 est relativement constante, on peut en déduire que l'évolution de la contraction résultant de l'avancement de la réaction à 420°C n'affecte en rien le processus de la réaction tel qu'on l'observe au réchauffage. Ainsi le relâchement de contraintes pendant la deuxième étape n'affecte pas le domaine de stabilité de l'austénite enrichie non encore décomposée. Notons également que la température $\theta_1 = 470^\circ\text{C} - 480^\circ\text{C}$ est nettement supérieure à la température de décomposition des austénites non transformées.

3) L'évolution progressive de la pente P des courbes dilatométriques est très significative. En effet, nous n'avons jamais observé une martensite qui se serait formée lors du retour à la température ambiante. Nous ne pouvons absolument pas identifier cette décomposition à celle de l'austénite d'un acier Z 190 C 14 hypereutecté (*fig. 66*). Dans ce dernier cas, la précipitation de carbures entraîne une remontée du point M_S au-dessus de la température ambiante par diminution du taux de carbone en insertion et chute du taux de chrome (courbe R). De plus, la dilatation de cet acier, normalisé (courbe N), est superposable à celle de l'acier hypereutecté après durcissement secondaire et adoucissement (courbe H); Dans notre cas, l'austénite enrichie de nos alliages se décompose par précipitation de carbures. Mais au cours de cette réaction, l'austénite résiduelle garde son taux de carbone constant. Cette observation a été vérifiée par Rayons X en observant la position angulaire des différentes raies de (γ) .



Austénitisation de 24 H à 1180°C
Refroidissement dans le four

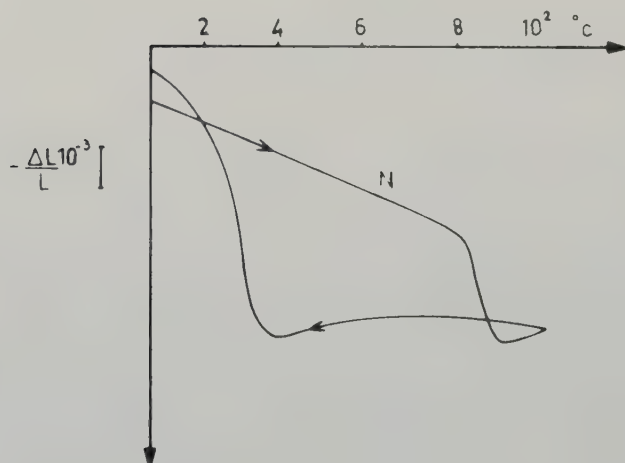


FIGURE 66

Enregistrements dilatométriques en température croissante ($v = 300^\circ\text{C}/\text{H}$) puis décroissante d'un acier de type Z 190 C14 hypereutecté ou normalisé.

Si on compare ces différents points, ces derniers s'intègrent parfaitement. En effet, les variations de la pente P et de l'amplitude de contraction "C" sont liées et de plus on n'observe qu'une inflexion à θ_2 . On n'a pas de variation sensible de cette dernière température. Les enregistrements dilatométriques sont tous superposables en abscisses à partir de $520^\circ\text{C} = \theta_2 - 50^\circ\text{C}$. Le fait d'avoir ramené l'austénite enrichie à la température ambiante n'affecte en rien la reprise de la réaction à 420°C .

Nous n'avons pas représenté de variation de dureté car nous avons observé sur un même échantillon des fluctuations légères entre sa surface et son coeur dégagé par tronçonnage. Il semble que la réaction se produit plus aisément à la surface qu'à l'intérieur de l'échantillon. Néanmoins, après 44 heures de maintien bainitique, la dureté atteint 480 H.V.³⁰ bien qu'après 40 minutes elle ait déjà, en certains points, une valeur de 380 H.V.³⁰.

Bien entendu, nous avons essayé de suivre par micrographie l'évolution de la structure. Nous avons illustré par la figure (67) un état intermédiaire ($t = 30 + 10$ minutes).

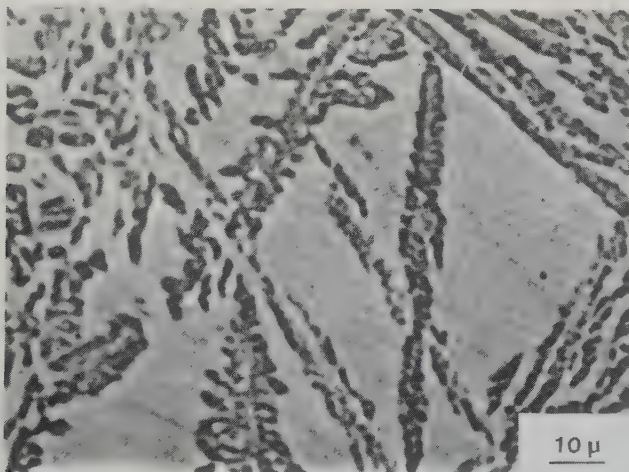
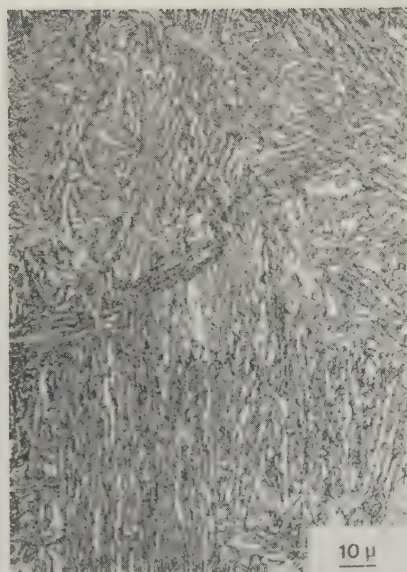


FIGURE 67

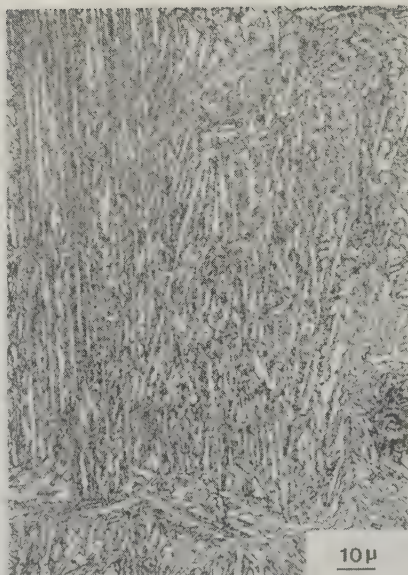
Aspects micrographiques de la structure peu après le début de la 2ème étape - Attaque Nital à 4 %.

*L'agrégat ferrite-carbures apparaît en noir
La matrice (γ) résiduelle est grise.*

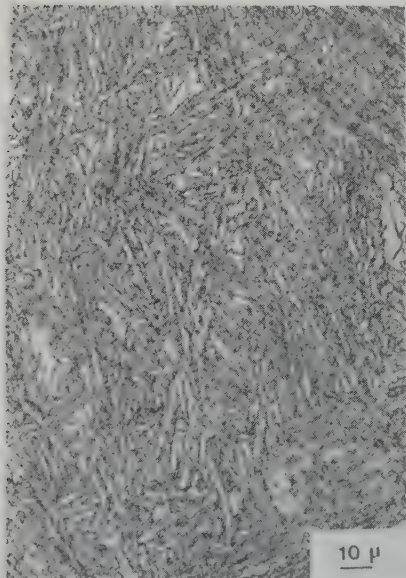
Alliage A ($\gamma_{1135^\circ\text{C}}$ à 1,17 % C et 3,9 % Si).



a



b



c

FIGURE 68 (a,b,c)

Aspects de l'agregat ferrite-carbures (ferrite blanche) après 44 heures de maintien à 420°C.

Attaque au Nital à 4 %.

On observe une précipitation assez intense, essentiellement localisée suivant les directions du réseau initial de ferrite. On a un aspect de "fougère". De plus la nature extrêmement fine est pratiquement indiscernable au microscope métallographique. Cet aspect préfigure la structure que l'on va obtenir après la fin de la réaction (*figure 68 (a) (b) (c)*). Dans tous les cas, on retrouve le réseau initial de ferrite mais, en plus des précipités fins apparaissent et qui semblent s'être formés suivant un réseau parallèle à l'ancien réseau ferritique. Nous n'avons pas pu observer une ségrégation éventuelle du silicium car la structure est nettement trop fine.

Comme nous l'avons déjà précisé, l'analyse par diffraction des Rayons X ne nous a pas permis de déterminer le type de carbures ayant apparu. Néanmoins, il est raisonnable d'imaginer une précipitation de silicocarbures. L'étude de l'avancement de la réaction et de la morphologie des carbures a dû être faite par microscopie électronique.

II - ETUDE PAR MICROSCOPIE ELECTRONIQUE

Alliage B - (1,02% C - 3,9 % Si) 1ère étape à 420°C : 30 minutes.

Nous n'avons pas pu appliquer la technique des répliques directes ou indirectes. Aussi avons nous dû effectuer toutes les observations sur lames minces. A ce stade, nous avons rencontré d'énormes difficultés car un accroissement du maintien bainitique nécessite la modification complète du procédé d'électrolyse. Nous avons dû entreprendre une recherche systématique de nouvelles conditions de dissolution. C'est ainsi qu'une augmentation de cinq minutes de maintien nous a amené à changer d'électrolyte et à en mettre au point de nouveaux. Dès les premières observations, ($t = 30 + 30$ minutes) nous avons observé que la structure n'évolue pas d'une façon continue (*figure 69*). La ferrite ne conserve pas son aspect aciculaire typique. Elle subit une recristallisation. En outre, les plages ferritiques s'accroissent aux dépens des plages d'austénite. Mais cela ne se fait pas de façon uniforme.

Le souvenir de l'ex-austénite enrichie est conservé soit sous la forme de grandes bandes noires de carbures soit sous celle d'un fin liseré bordant une plage ferritique constellée de précipités très fins. Enfin, l'austénite peut avoir un interface qui est encore intact. Dans tous les cas, elle a le même aspect qu'à l'issue de la première étape et cela jusqu'à sa disparition complète. A ce stade et même après 20 heures de maintien, il est impossible d'obtenir des clichés de microdiffraction exploitables à partir de ces carbures.

Nous avons néanmoins observé les structures après différentes durées de maintien et pu reconstituer l'avancement de la deuxième étape.

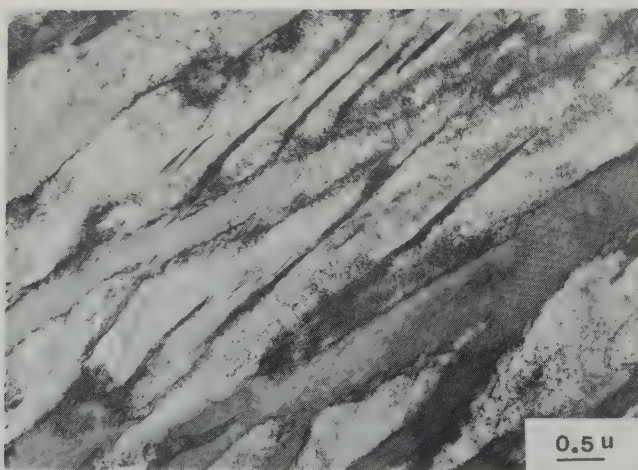


FIGURE 69

Alliage B (1,02 % C ; 3,9 % Si ; 1ère étape à 420°C à 30 mn).

Aspect de la structure après une durée totale de $t = 30 + 30$ mn de maintien à 420°C.

- l'austénite enrichie résiduelle est grise
- La ferrite est blanche
- Les carbures sont disposés dans les bandes sombres.

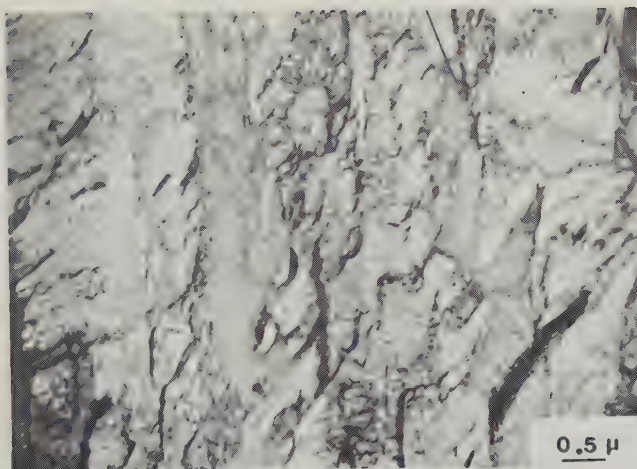


FIGURE 70,

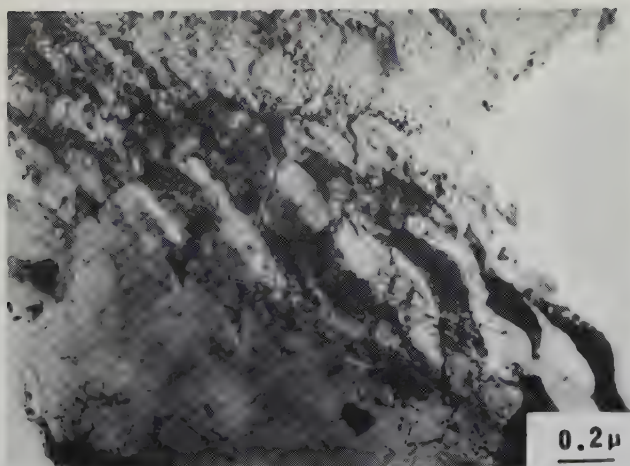


FIGURE 71.

FIGURES 70 et 71

Aspects de l'interface (α)-(γ) au cours de la décomposition.

- ferrite en blanc
- austénite en gris
- carbures en noir.

1 - Zône de précipitation des carbures.

Dès le début de la deuxième étape, on observe une décomposition de l'austénite (γ) qui commence à l'interface (α)-(γ) (*figure 70*). Il n'y a pas d'évolution à l'intérieur des zones austénitiques. L'observation de l'interface (*figure 71*) montre la complexité de la structure. La réaction s'effectue très localement. Cela explique le fait qu'on ne voit pas de martensite dans l'austénite située au-delà de l'interface. De même l'austénite à l'interface ne donne pas de martensite par trempe. On confirme ainsi les résultats de l'étude dilatométrique.

L'espect peut être encore plus compliqué (*figure 72*) et la forme aciculaire initiale est difficilement discernable. Cependant un interface peut encore être intact.

Lorsque la réaction se poursuit on observe une progression irrégulière de l'interface. Dans certains cas, (*figure 73 a*) la précipitation se poursuit à l'intérieur du grain d'austénite avec une certaine orientation entre les zones de précipités (*figure 73 b*) qui s'alignent parallèlement à l'interface. L'austénite est progressivement éliminée et l'on

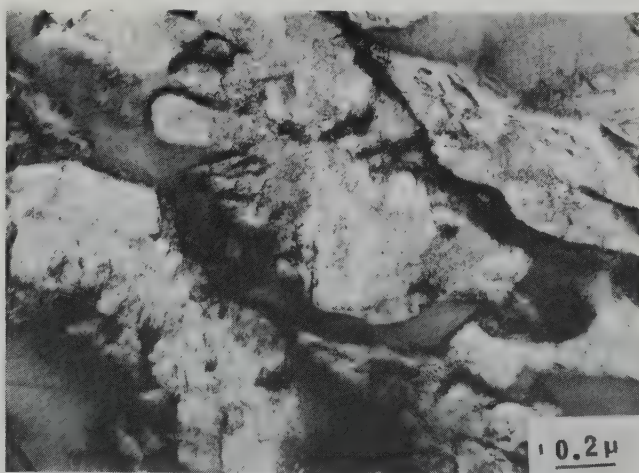


FIGURE 72

Au cours de la précipitation, on ne discerne plus l'ex-interface (α)-(γ) qui est détruit par l'apparition de carbures (en noir).

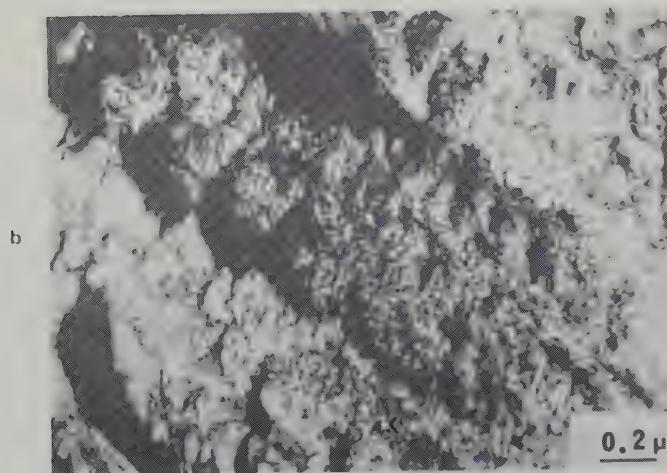
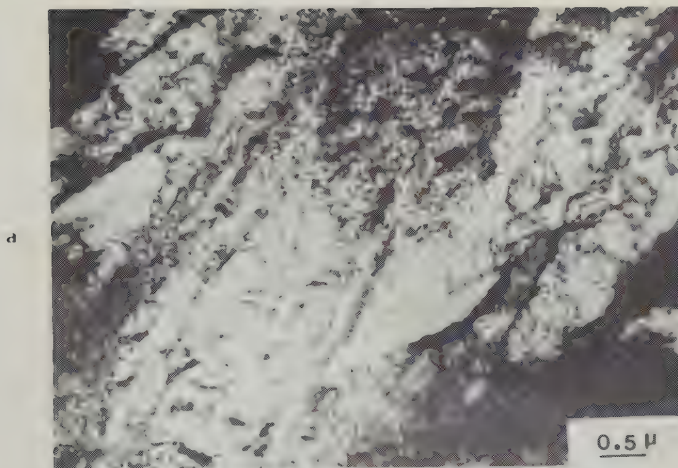


FIGURE 73 (a et b)

Aspects à deux grossissements différents, de la structure apparue dans l'ex-austénite enrichie (γ). Ferrite en blanc, carbures en noir.

n'observe plus qu'une matrice ferritique avec des précipités dispersés dans des zones assez larges dont l'aspect rappelle encore la structure obtenue après la première étape (*figures 74 a et b*). La forme du carbure est totalement indiscernable et l'interface carbures-matrice est imprécis. Après 20 heures de maintien, l'aspect global est toujours le même (*figures 75 a et b*). Cependant une nouvelle précipitation s'amorce. Un carbure apparaît sous la forme typique de carbure de vieillissement (*figure 76*). Après cette durée de maintien on ne peut pas encore tirer de conclusion quant à la nature des carbures. Cependant, après 30 heures à 420°C, les carbures situés à l'ex-interface se présentent sous une forme mieux cristallisée (*figure 77*). C'est seulement après 44 heures à 420°C que nous avons pu obtenir les premiers clichés de microdiffraction des électrons. Dans la suite de notre exposé nous appellerons les deux formes de carbures que nous avons observées sous les dénominations suivantes : G représentera la forme du carbure situé approximativement suivant l'ex-interface et F le carbure issu de la forme de vieillissement (*figures 78 a et b*).

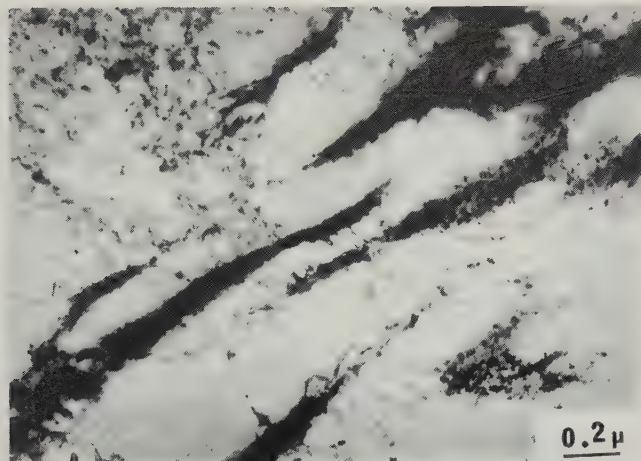
2 - Détermination des types de carbures.

Les différents clichés de microdiffraction des électrons que nous avons pu faire nous ont confirmé que les carbures sont différents de ceux que l'on rencontre habituellement. Aussi avons nous essayé de les comparer aux silico-carbures déjà connus ainsi qu'à d'autres carbures de fer. Nous avons rassemblé dans la liste ci-dessous tous les composés de ce type que nous avons trouvés dans la littérature (paramètres en Å).

Fe-C-Si

Hexagonal	(109)	a = 11,7	c = 10,8	
Hexagonal	(110)	a = 9,81	c = 8,48	
Hexagonal	(36)	a = 6,9	c = 4,8	
Hexagonal	(111)	a = 6,4	c = 9,6	
Orthorhombique	(112)	a = 8,8	b = 9	c = 14,4
Orthorhombique	(113)	a = 7,89	b = 4,60	c = 7,20

a



b

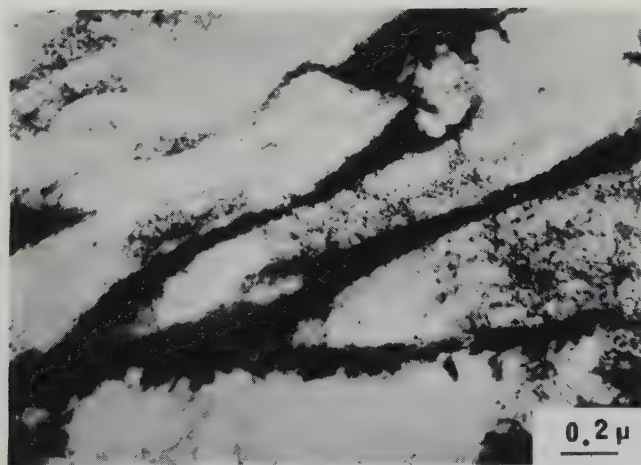


FIGURE 74 (a et b)

Evolution de la morphologie des carbures situés aux anciens interfaces $(\alpha)-(\gamma)$.

- Carbures en noir
- Ferrite en blanc.

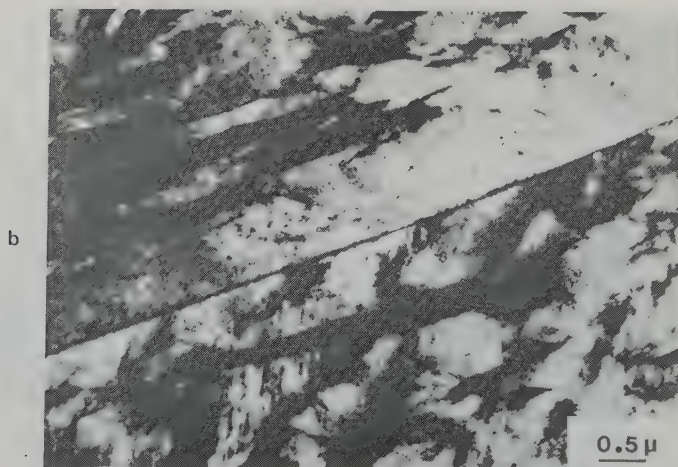
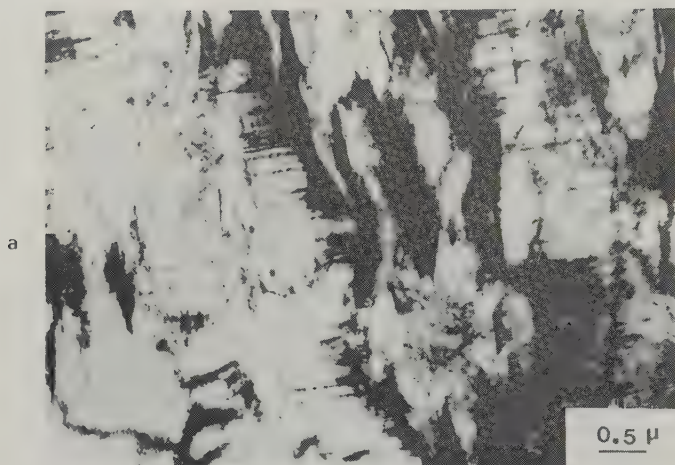


FIGURE 75 (a et b)

Vieillissement de la ferrite : Apparition d'un précipité dans la ferrite.

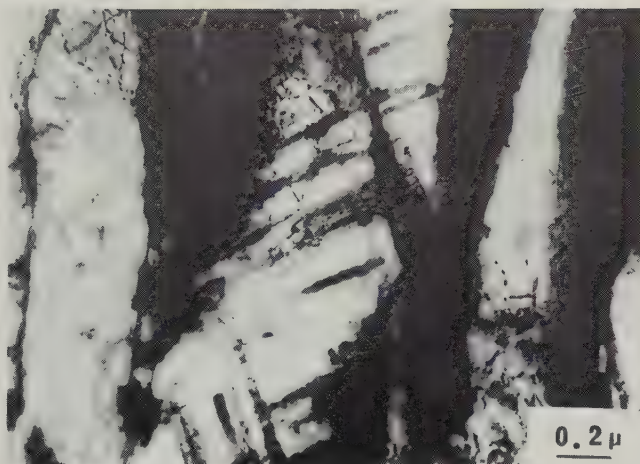


FIGURE 76

Aspect typique du vieillissement dans la ferrite.

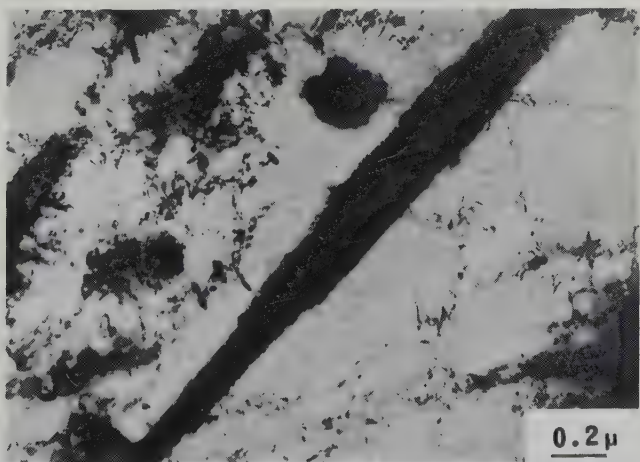
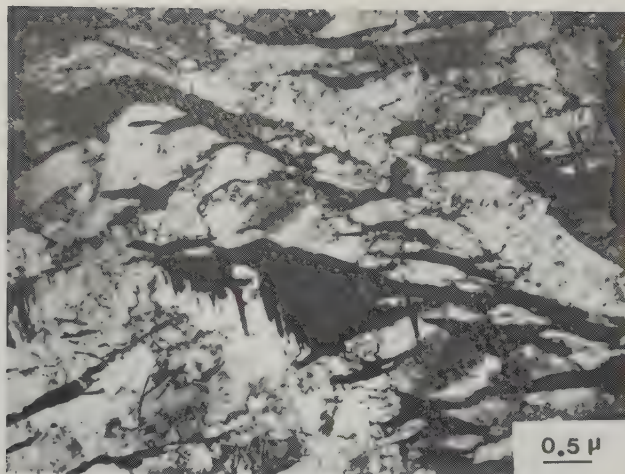


FIGURE 77

Nouvelle morphologie du carbure situé à l'ancien interface.

a



b

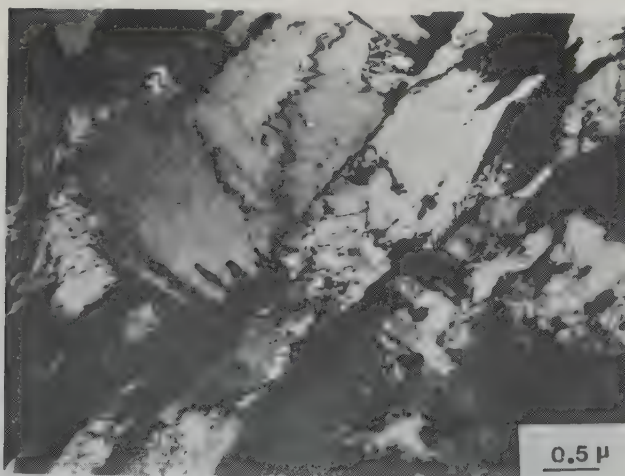


FIGURE 78 (a et b)

Aspects définitifs de la structure après 44 heures de maintien bainitique à 420°C. Le carbure "G" est situé suivant l'ancien réseau $(\alpha)-(\gamma)$. Le carbure "F" qui a précipité dans la ferrite est en relation d'orientation avec elle.

- Ferrite en blanc
- Carbures en noir.

Fe-C

Fe_4C	(114)	$a = 3,88$			
Fe_3C	(114)	$a = 4,525$	$b = 5,087$	$c = 6,743$	
$\epsilon\text{Fe}_{2-3}\text{C}$	(114)	$a = 4,767$	$c = 4,354$	$\frac{c}{a} = 0,913$	
$\epsilon\text{Fe}_{2-3}\text{C}$	(114)	$a = 2,752$	$c = 4,353$	$\frac{c}{a} = 1,576$	
$\epsilon\text{Fe}_{2-3}\text{C}$	(114)	$a = 2,763$	$c = 4,355$	$\frac{c}{a} = 1,576$	
Fe_5C_2	(114)	$a = 11,563$	$b = 4,573$	$c = 5,058$	$\beta = 97^\circ 44'$
Fe_7C_3	(114)	$a = 6,882$	$c = 4,54$	$\frac{c}{a} = 0,660$	
Fe_{20}C_9	(114)	$a = 9,04$	$b = 15,66$	$c = 7,92$	
Fe_2C	(114)	$a = 6,27$	$c = 21,4$		
Fe_2C	(114)	$a = 3,82$	$b = 4,72$	$c = 12,5$	

a) -Carbure G. Nouveau carbure.

Pas un seul cliché expérimental ne peut-être interprété suivant un des différents modèles. De plus rappelons qu'il ne peut s'agir que d'un silico-carbure. Dès lors, nous avons essayé de déterminer une maille capable de rendre compte des clichés de diffraction obtenus. On peut indiquer tous les clichés expérimentaux obtenus (20) suivant une maille orthorhombique de paramètres :

$$\begin{aligned}
 a &= 6,5 \overset{\circ}{\text{Å}} \pm 0,1 \\
 b &= 7,7 \overset{\circ}{\text{Å}} \pm 0,1 \\
 c &= 10,4 \overset{\circ}{\text{Å}} \pm 0,1
 \end{aligned}$$

Il serait illusoire de donner une précision plus grande si on tient compte de l'erreur variable sur la constante du microscope ainsi que l'erreur encore plus importante, sur la mesure exacte du centre des spots. Nous avons confirmé l'exactitude des résultats, dans les 20 cas étudiés, par des mesures d'angles entre plans. L'erreur maximum enregistrée est de 1°.

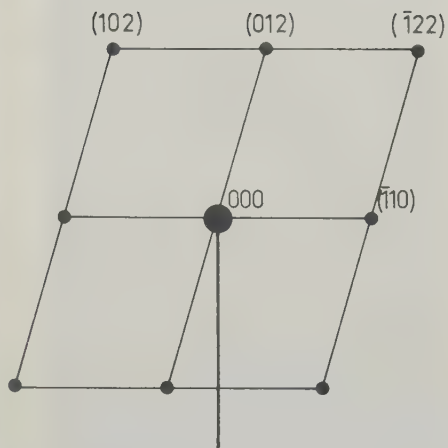
Nous avons reproduit sur les *figures 79 (a) (b) (c) (d) (e)* quelques clichés typiques. L'absence de coupes simples peut s'expliquer par le fait que le carbure précipite suivant l'ex-interface (α) - (γ) donc suivant $(253)_{\text{cfc}}$ ou $(373)_{\text{cc}}$. Il est orienté.

b) - Carbure F. (carbure de Konoval).

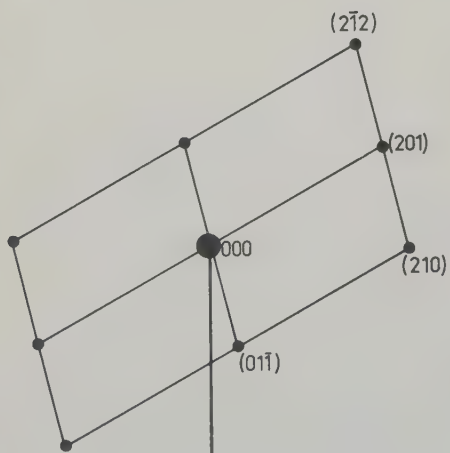
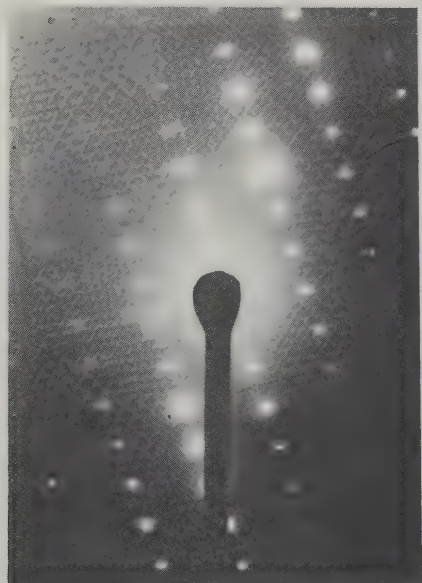
Ce carbure que l'on trouve au cours du vieillissement d'une ferrite au silicium est une forme déjà connue. En effet, nous sommes parvenus à interpréter les quelques clichés expérimentaux obtenus en utilisant la formule proposée par Konoval et ses co-auteurs (112). La principale difficulté réside dans la finesse du précipité. Pour ne pas être gêné dans les observations par la matrice environnante, nous avons dû faire varier quelque peu les conditions de polissage afin de dissoudre la matrice tout en polissant les carbures. Ainsi, avons nous pu sélectionner quelques plages. La majorité des coupes sont identiques. Nous avons reproduit sur la *figure (80)* un cliché de micro-diffraction de ce carbure de vieillissement.

L'existence de phénomènes de vieillissement prouve que la matrice est une ferrite bainitique (α) de première étape, légèrement sursaturée. Nous avons d'ailleurs déjà signalé que sa teneur en carbone peut-être de l'ordre de 0,1 % C. Certes, on peut émettre l'hypothèse d'un vieillissement de la ferrite provenant de la décomposition de (γ) au cours de la deuxième étape. Mais, étant donné nos différentes observations sur l'avancement de la précipitation, nous doutons fort que cette ferrite passe par un état sursaturé. Le processus serait donc le suivant :

a



b



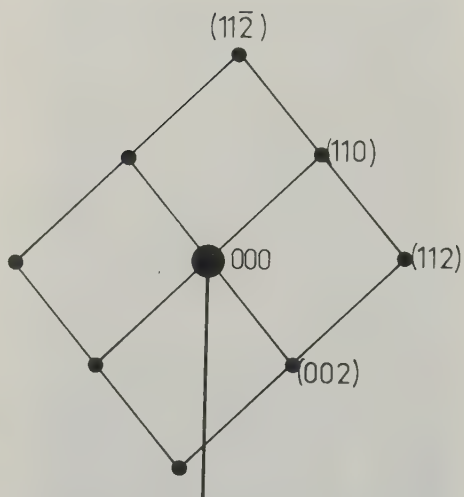


FIGURE 80

Cliché de microdiffraction des électrons du carbure $\underline{F}$
 $[\bar{1}\bar{1}0]_F // e^-$

$(\alpha) \rightarrow \alpha + \text{carbure de vieillissement type F.}$

$(\gamma) \rightarrow \alpha + \text{carbure type G.}$

Le vieillissement n'est pas visible au microscope optique. Cependant nous tenons à signaler qu'il est possible d'en observer un, très intense, dans les alliages Fe-C-Si de même teneur en silicium mais de plus faible teneur en carbone ($\approx 0,2 \text{ \% C}$) ayant subi le même traitement bainitique (figure 81).

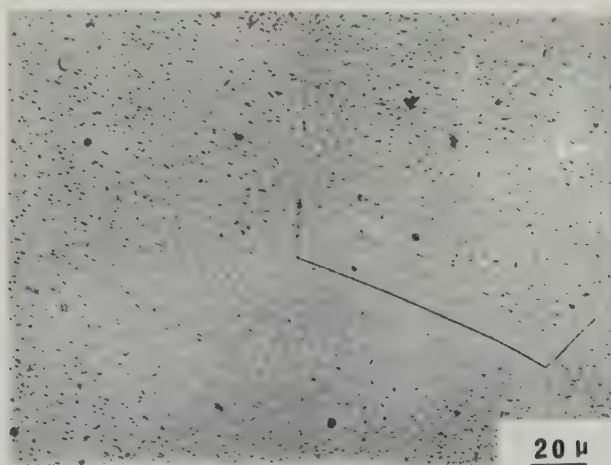


FIGURE 81

Alliage à 0,2 % C et 4 % Si : Aspect de la structure après maintien bainitique de 44 heures à 420°C.

c) - Etude critique des carbures - Influence du silicium.

Après l'identification d'un nouveau carbure, nous nous posons plusieurs questions.

- 1) Est-ce un phénomène propre aux transformations bainitiques ?
- 2) Le silicium a-t-il une influence spécifique ?

1) On peut répondre à la première de ces questions en rappelant que les seuls auteurs qui ont étudié ce problème, à l'aide d'un microscope électronique, ont, eux aussi, découvert une nouvelle forme de carbure dans des alliages Fe-Cr-C (11) forts différents de ceux que nous utilisons. Ils lui attribuent une maille orthorhombique mais n'ont pas déterminé les valeurs des paramètres cristallins. Il semble donc que le traitement bainitique ait une influence sur la nature du précipité. Cependant, nous rappelons que le problème est beaucoup plus complexe, car on ne sait jamais si la réaction est effectivement arrêtée ou si elle évolue, non pas, par transformation de l'austénite, mais par transformation des précipités au cours du maintien. Plusieurs réactions peuvent se superposer. Nous avons déjà abordé ce problème dans la transformation bainitique d'alliage "Fe-C" (chapitre IV - 6).

2) Nous avons déjà dit que plusieurs auteurs ont obtenu différents carbures uniquement dans les alliages Fe-C-Si. Il est donc important d'essayer de trouver une raison à cela. Un examen minutieux de tous les alliages utilisés montre que les teneurs en carbone et en silicium varient beaucoup d'un exemple à l'autre. Le traitement thermique joue également un rôle important. Nous pensons donc qu'il faut tenir le plus grand compte des conditions précises particulières à chaque expérience. Il était également intéressant de faire quelques expériences simples sur des alliages Fe-C-Si avec Si 4 %. A cet effet, nous avons recherché les températures auxquelles il semble possible d'obtenir des résultats clairs.

Nous avons tout d'abord choisi un alliage à 3,9 % Si que nous avons soumis à la transformation eutectoïde de 650°C. Nous avons procédé à une analyse par diffraction X des carbures extraits (*figure 82*). Le résultat est clair, on obtient de la cémentite dont les paramètres cristallins ont la valeur habituelle : le silicium n'influe pas sur la maille orthorhombique. Nous n'observons aucun effet analogue à ceux que provoque les éléments comme le chrome ou le molybdène.

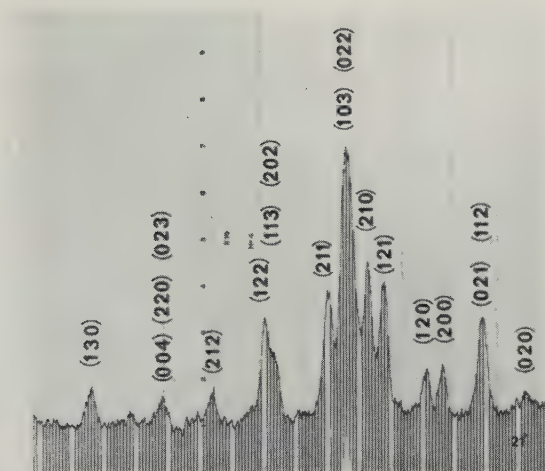


FIGURE 82

Diffractogramme de carbures extraits d'un échantillon contenant 1 % C et 3,9 % Si ayant subi une transformation eutectoïde à 650°C.

Dans une seconde série d'essais, nous avons utilisé un alliage dont la teneur en silicium est égal à 2,5 % et la teneur en carbone à 0,8 %. Le traitement est un maintien bainitique de 40 minutes à 400°C. Nous avons encore effectué une analyse par diffraction des rayons X (*figure 83*). On remarque tout de suite qu'on n'obtient pas de cémentite, ce qui est normal. Mais le carbure trouvé est différent du carbure ϵ . Le dépouillement du cliché permet d'affecter au précipité une maille hexagonale dont les paramètres sont les suivants :

$$a = 2,69 \text{ \AA}$$

$$c = 4,34 \text{ \AA}$$

$$\frac{c}{a} = 1,61$$

Le carbure ϵ normal a pour sa part comme paramètres cristallins :

$$a = 2,762 \text{ \AA}$$

$$c = 4,355 \text{ \AA}$$

$$\frac{c}{a} = 1,576$$

Cette forme a été déjà identifiée par Ruhl et Cohen (115). Ces auteurs ont établi la présence d'une phase hexagonale dans les alliages Fe-C ou Fe-C-Si trempés à partir de l'état liquide par la méthode du "splat cooling" de Duwez et Willens (116). Les paramètres sont les suivants :

$$a = 2,622 \text{ \AA} \pm 0,005$$

$$c = 4,318 \text{ \AA} \pm 0,005$$

$$\frac{c}{a} = 1,646$$

Nous pensons comme J. Pomey (36) et tout récemment Lorenzo (117) qu'il s'agit de carbure ϵ stabilisé dont les paramètres sont modifiés par le silicium.

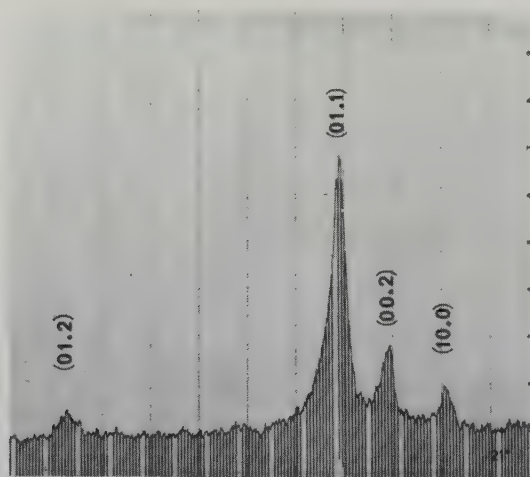


FIGURE 83

Diffraetogramme de carbures extraits d'un échantillon contenant 0,8 % C et 2,5 % Si ayant subi un maintien bainitique de 40 minutes à 400°C.

III - FORMATION DE MARTENSITE SPONTANEE

Après le début de décomposition de (γ) à son interface, on observe des produits de cisaillement et cela en plus grande quantité qu'à la fin de la première étape. Cependant, il nous est arrivé, dans certains cas, d'observer une forme martensitique dont l'aspect couvre pratiquement toute une plage d'austénite (*figure 84a*). Il n'est pas possible de déterminer l'interface entre phase mère et phase produit. De plus (*fig. 84b*), dans la zone centrale, on discerne très bien des grains maclés de type martensitique. La formation de ces types de martensite est cohérente avec l'explication déjà présentée. En effet, l'austénite se décompose par contraction : une plage d'austénite non encore transformée se trouve donc sous un taux de contraintes plus faible et ce relâchement local permet bien un cisaillement.

IV - DOMAINE DE STABILITE ET DECOMPOSITION DES CARBURES EN COURS DE REVENU

Si on regarde la *figure (65f)* on voit que l'ensemble α + "G" + "F" (ferrite + gros carbure G + carbure fin F) est stable jusqu'à une température de l'ordre de 570°C. Un extrait analysé par diffraction des rayons X montre que le produit résultant de cette décomposition est uniquement composé de cémentite. Il faut cependant souligner encore l'influence prépondérante des contraintes donc de la matrice. En effet, un extrait chauffé à 480°C se transforme très rapidement en cémentite alors qu'un échantillon massif n'évolue que lentement. Nous insistons, par là-même sur l'influence de l'interaction "matrice-précipité" qui peut avoir parfois une grande influence sur la cinétique de la réaction sinon sur la nature même du produit final.

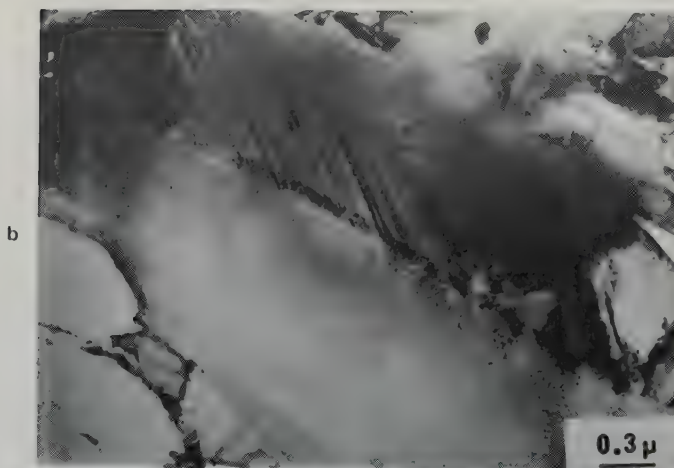
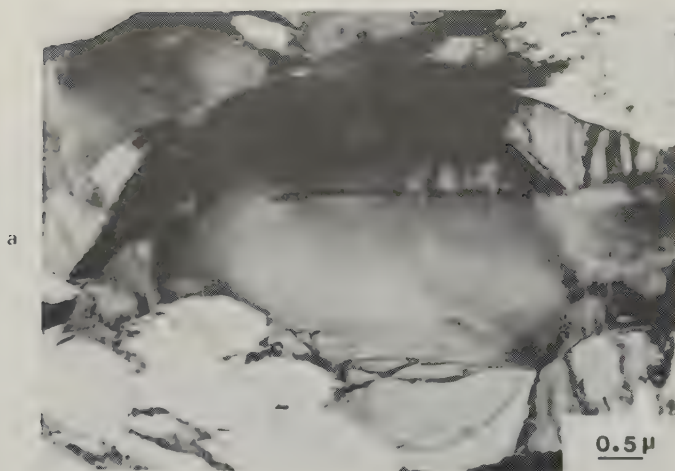


FIGURE 84 (a et b)

Aspects d'une plage martensitique apparue après cisaillement d'une large zone d'austénite enrichie. Les lentilles blanches sont constituées de ferrite bainitique.

De plus, cette décomposition nous ramène aux observations classiques relatives à la forme de la cémentite située à l'interface des aiguilles ferritiques. Cela confirme également, dans un certain sens, les relations d'orientation " $\text{Fe}_3\text{-C}$, α " différentes de celles qui ont été observées dans des produits de transformation eutectoïde et rencontrées dans les bainites par certains auteurs (104).

CHAPITRE VI

INFLUENCE DE LA TRANSFORMATION BAINITIQUE

SUR LA GRAPHITISATION PAR REVENU ULTERIEUR.

I - TEMPERATURE DE DEBUT DE GRAPHITISATION.

Tous les carbures s'étant finalement transformés en cémentite il est tout naturel d'observer l'influence de la réaction bainitique sur la graphitisation de cette cémentite. Si l'on observe les enregistrements dilatométriques effectués sur l'alliage "A" (chapitre II figure 10) on voit très nettement que la température de début de graphitisation en température croissant à raison de 300°C/H est fonction de la structure initiale. Nous avons représenté cette évolution sur la *figure (85)*. On s'aperçoit immédiatement que la température croît quand l'ensemble α' - γ issu de l'austénite de l'alliage de base diminue. Autrement dit, plus la transformation bainitique progresse, plus la graphitisation a de la peine à démarrer. On peut attribuer ce fait à la diminution constante de microtapures de trempe (69). De plus dès que la deuxième étape a débuté, la température de début de graphitisation redescend légèrement (*figure 65 chapitre V*). Cela est dû à la présence initiale des carbures ; par contre, au chauffage direct de (α) - (γ) , la cinétique de précipitation interviendrait entraînant un faible décalage.

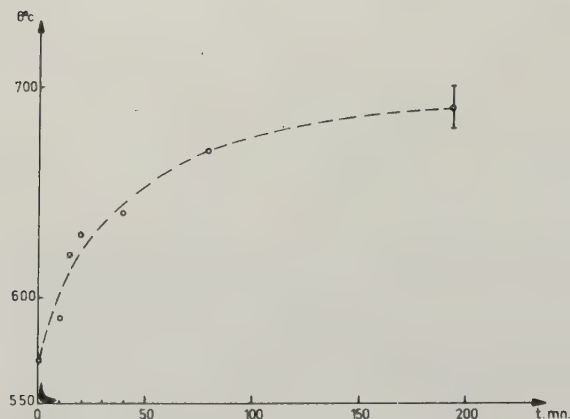


FIGURE 85

Variations de la température de début de graphitisation avec la durée de maintien bainitique.

La détermination de ces températures est faite à l'aide de courbes dilatométriques obtenues en température croissant à raison de 300°C/H

II - MORPHOLOGIE DU GRAPHITE. (Alliage A).

J. Pomey (36) a déjà précisé que le revenu d'une structure de trempe provoque l'apparition de graphite diffus de recuit. Cependant, on ne connaissait pas jusqu'ici l'influence du traitement bainitique. Pour l'étudier nous avons d'abord examiné un échantillon graphitisé après un revenu à 780°C faisant suite à un maintien bainitique de 44 heures à 420°C (*figure 86a*). La matrice est ferritique et un examen sur lames minces confirme la présence d'une ferrite dépourvue de carbures : la cémentite s'est entièrement décomposée. La dureté est alors de 250 HV₃₀. De plus le graphite est très fin et se présente sous la forme de sphérules plus ou moins agglomérés. Après polissage, l'observation en lumière polarisée ne laisse subsister aucun doute : le graphite est sphéroïdal (118) (*figure 86b*). Sa taille est assez variable, mais, au maximum de l'ordre de 3 μ. Nous avons confirmé cette structure en examinant une réplique de sphéroïde par transmission au microscope électronique (*figure 87*). Il faut noter la structure interne de ce sphéroïde qui comprend une multitude d'anneaux centrés formant spirale.

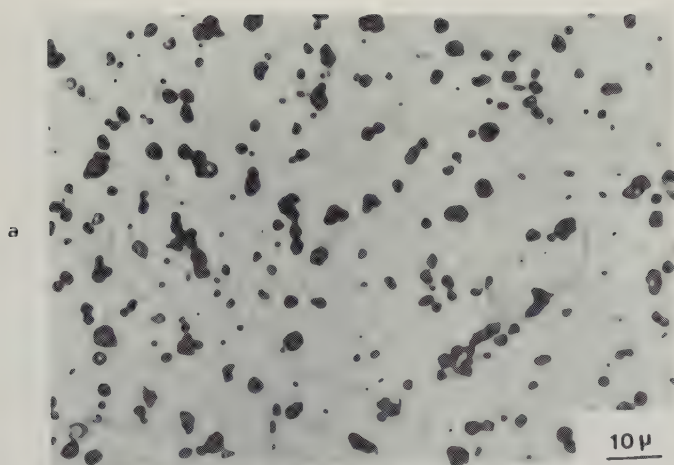


FIGURE 86 (a et b)

Revenu à 800°C après maintien bainitique de 44 h à 420°C (chauffage à $V = 300^{\circ}\text{C}/\text{H}$ de 20°C à 800°C).

- a) examen en lumière naturelle
b) examen en lumière polarisée.

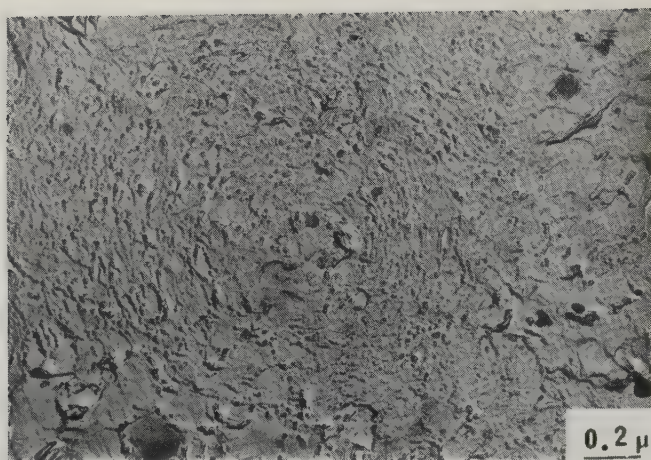


FIGURE 87

Alliage A - Réplique obtenue sur un sphéroïde de graphite par la méthode de B. Laurent (48).

Il était intéressant d'observer le graphite formé par traitement bainitique en fonction de ce traitement. Nous avons ainsi pu mettre en évidence une évolution de la morphologie du graphite. En effet, après la fin de la première étape, un revenu permet d'obtenir un graphite sphéroïdal (*figure 88 a et b*), légèrement plus gros dans son ensemble et dont la dispersion n'est pas aussi fine. Après 30 minutes de maintien, c'est-à-dire juste après que l'austénite se soit enrichie au maximum, on observe simultanément plusieurs types de graphite (*figures 89 a et b*). Si la forme sphérique est conservée, l'aspect en lumière polarisée n'est pratiquement plus cruciforme. On voit apparaître des nodules plus ou moins arrondis et des amas qui représentent d'anciens interfaces de martensite. Un polissage extrêmement soigné ne permet pas de faire apparaître la forme sphéroïdale de ces petits amas ou nodules. Enfin (*figures 90 a et b*), on obtient la structure habituelle du graphite formé après revenu de martensite.

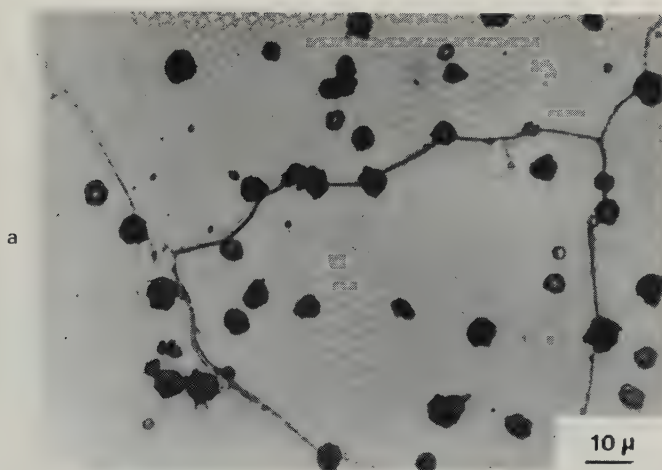


FIGURE 88 (a et b)

Alliage A - Graphitisation au cours d'un revenu à 800°C effectué après la 1ère étape.

- a) examen en lumière naturelle*
- b) examen en lumière polarisée.*

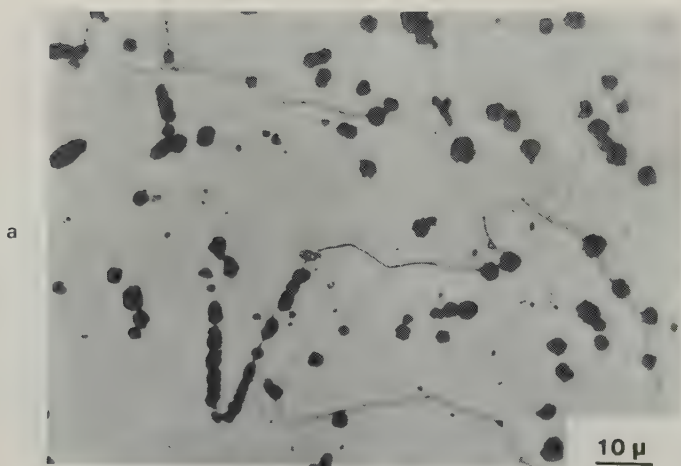


FIGURE 89 (a et b)

Alliage A - Graphitisation en cours de revenu à 800°C après un maintien bainitique de 30 minutes à 420°C.

- a) examen en lumière naturelle*
- b) examen en lumière polarisée.*

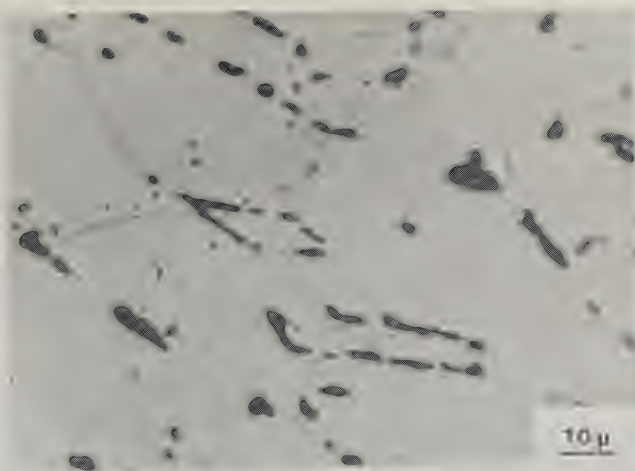


FIGURE 90 (a et b)

Alliage A - Graphitisation en cours de revenu après trempe martensitique (graphite diffus de Pomey (36)).

- a) examen en lumière naturelle
- b) examen en lumière polarisée.

III - INFLUENCE DE L'AUSTENITE ENRICHIE.

L'apparition de graphite sphéroïdal (118) est donc directement liée à la présence d'austénite enrichie (γ). Cela confirme les résultats de l'étude dilatométrique puisque, durant la première étape, la présence d'austénite enrichie provoque une élévation de la température de début de graphitisation et, parallèlement, la disparition d'amas ou de nodules. Après arrêt à la fin de la première étape, un revenu provoque évidemment une formation de sphéroïdes mais le traitement bainitique complet conduit à une sphéroïdisation plus fine.

Nous avons déjà dit qu'après le première étape, ou après traitement bainitique complet, les dilatométries sont superposables à partir de 520°C. La formation de graphite sphéroïdal est directement liée à la décomposition des carbures issus de (γ). Il faut cependant préciser qu'il est nécessaire d'avoir une austénite sursaturée sans martensite. En effet l'ensemble (α)-(γ) trempé à l'azote liquide, puis revenu, ne possède pas de graphite sphéroïdal (118) mais du graphite fin en nodules (118). Il nous semble que la raison profonde de la formation de nodules est la présence de microtapures situées à l'interface (γ)-(α') et la formation de carbures de types différents.

On peut essayer de formuler une hypothèse quant à la raison de la formation du graphite sphéroïdal. Etant donné que la transformation bainitique provoque la précipitation de silicocarbures, on peut penser que la transformation de ces derniers en cémentite s'accompagne d'une redistribution du silicium au voisinage immédiat du carbure. Rappelons que la cémentite accepte très peu de silicium (119) (120). Bien qu'il soit plus que probable que d'autres phénomènes interviennent, ce fait permettrait d'expliquer la différence entre la graphitisation de cette structure bainitique et la graphitisation d'une perlite. La redistribution de l'élément d'alliage se fait pendant la réaction eutectoïde et non après (121).

IV - INFLUENCE DE LA TEMPERATURE DE TRANSFORMATION BAINITIQUE.

La température de transformation bainitique est directement liée à la concentration en carbone de l'alliage. En effet, la formation de graphite sphéroïdal a toujours été observée dans les alliages que nous avons considérés mais également dans des fontes commerciales ayant subi le même traitement. Cependant, dans ce dernier cas, il ne faudrait pas mésestimer l'influence d'éléments dissous en faible quantité dont l'action serait identique à celle du magnésium dans une fonte blanche subissant un recuit.

La présence de graphite sphéroïdal a toujours été décelée dès l'instant où la transformation bainitique est accompagnée d'un enrichissement de l'austénite sans précipitation de carbures. Autrement dit, nous avons toujours obtenu du graphite sphéroïdal quand le traitement était effectué entre T_0 et 350°C .

CONCLUSIONS

Nous avons montré que les alliages ternaires Fe-C-Si hyper-eutectoïdes contenant au moins 3,5 % de silicium subissent, après austénitisation à 1140°C suivie d'une trempe rapide et d'un maintien isotherme à une température comprise entre 370 et 450°C, une transformation bainitique comportant deux étapes successives nettement séparées :

a) - un enrichissement de l'austénite en carbone jusqu'à une teneur de 2 % ce qui est approximativement le double de la saturation à la température d'austénitisation. Cet enrichissement entraîne une stabilisation provisoire en ce qui concerne la formation de carbures mais définitive vis à vis de la transformation martensitique puisque la température M_S est abaissée de 200 à -130°C.

b) - une précipitation de carbures dont le carbure de Konoval et un autre carbure orthorhombique dont nous avons pu déterminer les translations élémentaires définissant la maille.

Simon (105) a montré récemment qu'on obtient des phénomènes analogues par trempe à la température ambiante suivie d'un revenu vers 300°C.

Lorsque la teneur en silicium est plus faible, ces deux transformations se superposent et il n'est plus possible d'analyser le processus

de la transformation bainitique. Aucun enrichissement de l'alliage à 1,4 % C et 0,5 % Si n'a pu être décelé par Simon (105) qui procédait par trempe à la température ambiante suivie de revenu.

Plus la température est proche de la température T_0 à laquelle l'enthalpie libre de la réaction de formation de la martensite s'annule, plus la première étape est courte. À l'opposé plus la température est basse et proche de 350°C, moins l'apparition de carbures est facile.

Nous avons pu analyser en détail le mécanisme de l'enrichissement de l'austénite en carbone. Il se forme d'abord une martensite fugace de même teneur en carbone que l'austénite d'homogénéisation. Cette martensite se transforme très rapidement en ferrite saturée en libérant du carbone qui enrichit l'austénite voisine. En relation d'orientation de Kurdjumov et Sachs (K.S.) avec l'austénite initiale elle donne une ferrite en relation de Wassermann-Nishiyama (W.N.) par suite de la chute de tétragonalité. Le plan d'accrolement est conservé. Comme le cisaillement complémentaire de formation de la martensite est un simple glissement, ni la martensite fugace ni la ferrite qui en provient ne sont maclées ce que vérifie l'expérience. La propagation de la transformation martensitique résulte de l'accumulation de contraintes aux frontières des régions transformées. Ces contraintes ne peuvent être relâchées que par décomposition de la martensite fugace. La variation de volume entraînée par la formation de ferrite crée de nouvelles contraintes qui amorcent la transformation martensitique d'une nouvelle plage d'austénite non encore enrichie. Ainsi la transformation bainitique est elle une véritable "transformation martensitique à répétition". Elle entraîne dans son sillage un enrichissement en carbone de l'austénite.

Par revenu à 800°C on obtient du graphite sphéroïdal très fin, de taille pratiquement uniforme et réparti de façon très régulière dans la matrice. Rappelons que le graphite diffus de Pomey obtenu par revenu des

produits de décomposition de la martensite est formé de nodules de formes irrégulières rappelant nettement la structure de la martensite (36). Nous attribuons à l'austénite enrichie et aux carbures qui en proviennent la perfection des sphéroïdes du graphite post bainitique.

ANNEXE I

Bref rappel de la théorie de Bowles-Mackenzie : d'après Wayman (53)

On appelle $\vec{x}_i$ et $\vec{n}_i$ les lignes et normales à module invariant, p_2 le plan de cisaillement et d_2 la direction de cisaillement. Après avoir écrit la matrice (fBf) à partir des paramètres α' et γ , donc à partir des distorsions η_i , on peut déterminer la matrice R pour une combinaison particulière $\vec{x}_i - \vec{n}_i$. Ce couple sera tel qu'on aura alors une déformation à ligne invariante (matrice S) telle que $(fSf) = R (fBf)$.

La matrice S est obtenue de la manière suivante :

- On définit la matrice de rotation R_1 à partir de $\vec{x}_i, \vec{p}_2, \vec{u}$ avec $\vec{u} = \vec{x}_i \wedge \vec{p}_2$ ($\vec{x}_i, \vec{p}_2, \vec{u}$ sont des vecteurs unitaires qui figurent comme colonnes dans R_1).

- On définit une autre matrice de rotation R_2 telle que

$$R_2 = (\underline{\vec{x}_i}, \underline{\vec{p}_2}, \underline{\vec{v}})$$

$$\begin{aligned} \text{avec } \underline{\vec{x}_i} &= (fBf) \vec{x}_i \\ \underline{\vec{p}_2} &= \frac{\vec{p}_2' (fBf)^{-1}}{\vec{p}_2' (fBf)^{-2} \vec{p}_2}^{1/2} \quad \text{où le dénominateur est le facteur de normalisation} \end{aligned}$$

$$\vec{v} = \vec{x}_1 \wedge \vec{p}_2$$

On introduit la déformation S_0 telle que

$$(fS_0f) = R_1 R'_2 (fBf)$$

C'est une déformation à ligne invariante, différente de S , puisque c'est S qui opère la rotation du plan de normale $\vec{p}'_2$. S_0 sera tel que la ligne x_1 et le plan $\vec{p}_2$ ne subissent pas de rotation. Dans ces conditions, la seule relation entre S et S_0 est une rotation autour de la ligne invariante. La déformation S_0 dans la base i définie par R_1 s'écrit

$$(iS_0i) = R'_2 (fBf) R_1$$

et la déformation S s'obtient par une rotation

$$(iSi) = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos\beta & -\sin\beta \\ 0 & \sin\beta & \cos\beta \end{bmatrix} (iS_0i)$$

L'angle β est l'angle de la rotation effectuée sur p_2 par S .

On revient à la base de départ par

$$(fSf) = R_1 (iSi)R'_1$$

Grâce à $(fSf)^{-1}$ on peut calculer le plan d'accrolement de normale p'_1 telle que p'_1 soit parallèle à $p'_2 (fSf)^{-1} - p'_2$

Les matrices (fSf) et $(fSf)^{-1}$ permettent également de calculer les relations d'orientation.

ANNEXE II

Application de la théorie de Wechsler - Lieberman - Read d'après Wayman (53)

Cette théorie est la transcription de la recherche stéréographique habituellement effectuée dans la transformation martensitique $\gamma \rightarrow \alpha'$. On applique directement la relation

$$P_1 = R.B.P.$$

la déformation totale est représentée par P_1
 le cisaillement complémentaire par P .
 la déformation de réseau par B
 la rotation de corps rigide par R .

La valeur $g = 2 \operatorname{tga}$ peut être calculée, dans le cas général, par :

$$g = \frac{\eta_1^2 - 1}{A} (u_3 v_3 (\eta_1^2 - \eta_3^2) + \delta_g \cdot H) \quad \text{avec } \delta_g = \pm 1$$

$$H = \left[\eta_1^2 (1 - \eta_3^2) - (\eta_1^2 - \eta_3^2) u_3^2 \right] \left[(1 - \eta_3^2) - v_3^2 \cdot (\eta_1^2 - \eta_3^2) \right]$$

$$A = (\eta_2^2 - \eta_3^2) (u_3^2 + v_3^2 \eta_1^2) - \eta_1^2 (1 - \eta_3^2)$$

Les η_i représentent les distorsions principales.

$$\begin{aligned}
d_2 &= \begin{bmatrix} u_1, & u_2, & u_3 \end{bmatrix} \\
p_2 &= \begin{bmatrix} v_1, & v_2, & v_3 \end{bmatrix} \\
t &= \begin{bmatrix} w_1, & w_2, & w_3 \end{bmatrix} \quad \text{tel que } \vec{t} = \vec{d}_2 \wedge \vec{p}_2
\end{aligned}$$

On calcule ensuite les valeurs propres de l'équation caractéristique. Dans la mesure où on n'a pas de dégénérescence on a $\lambda_1^2 = 1$
 $\lambda_2^2 \neq \lambda_3^2$ avec $\lambda_2^2 > 1$ $\lambda_3^2 < 1$

dans notre cas :

$$p_2 = (1\bar{1}1)$$

$$d_2 = \begin{bmatrix} \bar{1} & 0 & 1 \end{bmatrix}$$

$$A = 0,1185883$$

$$\delta_g H = \pm 0,1015125$$

$$g_1 = 0,2094153$$

$$g_2 = 0,6030688$$

Dans la présente étude c'est la valeur g_1 qui est correcte, comme le montre l'étude stéréographique. Puisque la condition nécessaire pour qu'un plan ne soit pas distordu est qu'une des valeurs propres λ_1^2 soit égale à l'unité, les autres valeurs propres λ_2^2 et λ_3^2 sont les racines de l'équation.

$$(\lambda^2)^2 + (1 - T) (\lambda^2) + D = 0$$

$$\text{avec } T = \eta_1^2 \left[2 - 2g u_3 v_3 + g^2 (1 - u_3^2) \right] + \eta_3^2 \left[1 + 2g u_3 v_3 + g^2 u_3^2 \right]$$

$$D = \eta_1^4 \eta_3^2$$

$$T = 3,1314889$$

$$D = 1,0841720$$

$$\lambda_2^2 = 1,2929869$$

$$\lambda_3^2 = 0,8385019$$

Les vecteurs propres normalisés sont relatifs à la base orthonormée 0 dans laquelle le cisaillement prend une forme simple (Wechsler 1959).

On aura

$$\begin{bmatrix} x_1 \\ y_1 \\ z_1 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0,668312 \\ -0,738177 \\ -0,091927 \end{bmatrix}$$

$$\begin{bmatrix} x_2 \\ y_2 \\ z_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} -0,371573 \\ -0,438034 \\ 0,818571 \end{bmatrix}$$

$$\begin{bmatrix} x_3 \\ y_3 \\ z_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0,644774 \\ 0,512624 \\ 0,566998 \end{bmatrix}$$

Ces vecteurs ramenés dans la base f. par la matrice de rotation bâtie avec d_2 , p_2 , t définissent une nouvelle base R_3 .

on calcule alors $p'_1 = \frac{1}{(1+K^2)^{1/2}} (0, 1, \delta_k \cdot K)$ avec $K = \left[\frac{1 - \lambda_3^2}{\lambda_2^2 - 1} \right]^{1/2}$

$$p'_1 = (0 ; 0,802906 ; 0,596107)$$

et au moyen de R_3

$$p'_1 = (0,318849 ; 0,839227 ; 0,440493)_{cfc}$$

valeur très proche de celle que l'on obtient en appliquant la théorie de Bowles-Mackenzie.

Sans entrer dans le détail des calculs, le théorème d'Euler déterminera l'axe de rotation et son angle de rotation soient U et θ .

On trouve

$$U = \begin{bmatrix} -0,422352 \\ 0,866265 \\ 0,266973 \end{bmatrix} \quad \theta = 8^\circ 19'$$

Cette méthode de calcul complète celle de Bowles-Mackenzie et permet donc d'avoir la panoplie complète des résultats à comparer aux relevés expérimentaux.

ANNEXE III

Hypothèses formulées par Bowles et Kennon (15)

Pour expliquer la transformation bainitique par cisaillement Bowles et Kennon proposent un mécanisme basé sur les expériences antérieures d'autres auteurs.

Ils utilisent la théorie phénoménologique de la transformation martensitique pour examiner l'hypothèse que les caractéristiques cristallographiques de la bainite sont dues à la transformation d'une ferrite "supersaturée". Ils proposent un cisaillement complémentaire dont la direction est $\begin{bmatrix} 1\bar{1}0 \end{bmatrix}_{\text{cfc}}$, le plan de cisaillement étant tout plan en zone avec cette direction. Donc la direction de d_2 est $\begin{bmatrix} 1/2, -1/2, 0 \end{bmatrix}_{\text{cfc}}$ le plan p_2 générateur du cisaillement étant $(\cos\sigma/2, \cos\sigma/2, \sin\sigma)_{\text{cfc}}$. La variante utilisée par les auteurs est

$$(bCf) = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & \bar{1} \\ 0 & 1 & 0 \end{bmatrix}$$

La variable angulaire σ varie de 0 à 90° le plan p_2 étant égal à ou compris entre $(110)_{\text{cfc}}$ et $(001)_{\text{cfc}}$. Dans l'équation générale $S = \delta RM$, S est la transformation totale, R la matrice décrivant la rotation, M la matrice diagonale qui représente la déformation (après changement de base), δ la dilatation qui accompagne la déformation à plan invariant (appelée IPS). Les auteurs utilisent la valeur $\delta = 1$ dans leur théorie et ont déterminé tous les pôles h

(plan d'accrolement) en fonction de σ et de θ . Le dernier paramètre est défini par $\theta^2 = \delta^2 (a'/a)^2$ où a' et a sont les paramètres à la température ambiante et l'austénite et d'une ferrite "supersaturée" dont la maille aurait un volume égal à celui d'une maille de martensite. Rappelons qu'une ferrite dite supersaturée est considérée comme différente de la ferrite sursaturée habituelle. De ce fait on obtient toute une série de lieux possibles et, connaissant un plan "h" expérimental, on peut retrouver facilement σ par l'intermédiaire de θ .

Néanmoins ces mêmes auteurs rappellent : "Bien que l'accord entre la théorie et les expériences soit probablement satisfaisant pour la bainite inférieure, les hypothèses ne rendent pas compte du plan d'accrolement type $\{111\}_{cfc}$ des bainites supérieures". Ils précisent également : "si les plans d'accrolement de la bainite pouvaient être déterminés par rapport à l'austénite et à la ferrite, la ligne invariante pourrait être déterminée en tant qu'intersection du plan d'accrolement et du cône des lignes invariantes en module". Le cône cité ci-dessus est évidemment fixé à partir des valeurs a et a' . Enfin les auteurs concluent : "La petite taille des plaquettes bainitiques a jusqu'ici fait échouer les tentatives de détermination des indices spécifiques des plans d'accrolement".

BIBLIOGRAPHIE

- (1) K.J. IRVINE, F.B. PICKERING *J.I.S.I. "201" 518 (1963).*
- (2) K.J. IRVINE, F.B. PICKERING *J.I.S.I. "194" 137 (1960).*
- (3) K.J. IRVINE, F.B. PICKERING *"Physical properties of martensite and bainite". Special Report 93, Iron and Steel Institute (London) "110" (1965).*
- (4) E.S. DAVENPORT, E.C. BAIN *Trans. AIME (1930) "90" 117.*
- (5) "ELECTRON MICROSTRUCTURE OF BAINITE IN STEELS". 2nd Progress Report by Subcommittee XI of Committee E-4, ASTM Proc. "52" 543 (1952).
- (6) D.N. SHACKLETON, P.M. KELLY *"Physical properties of martensite and bainite" Special Report 93. Iron and Steel Institute (London) "126" (1965).*
- (7) L. HABRAKEN *Discussion - "Physical properties of martensite and bainite" Special Report 93, Iron and Steel Institute (London) "148" (1965).*
- (8) K.A. RIDAL, J. Mc. CAHN *Discussion - "Physical properties of martensite and bainite" Special Report 93 Iron and Steel Institute (London) "147" (1965).*
- (9) H.I. AARONSON *"The mechanism of transformations in crystalline solids". Institute of Metals Monograph n° 33 (London) "270" (1969)*
- (10) C.M. WAYMAN *Discussion - "The mechanism of phase transformations in crystalline solids". Institute of Metals - Monograph n° 33 (London) "310" (1969)*

- (11) G.R. SRINIVASAN, C.M. WAYMAN *Acta Met.* (1968) 16 "608-636".
- (12) J.W. CHRISTIAN *"The theory of transformations in metals and alloys"* Pergamon Press (1965) "824".
- (13) J.M. OBLACK, R.F. HEHEMANN *"Transformation and hordenability in steels"* Symposium (1967) "15".
- (14) H.I. AARONSON *"The mechanism of phase transformations in crystalline solids"*. Institute of Metals. Monograph n° 33 (London) "311" (1969)
- (15) J.S. BOWLES, N.A. KENNON *The journal of Australian Institute of metals* 5 (1960) "106-113".
- (16) G.R. SRINIVASAN, C.M. WAYMAN *Ibid* (11)
- (17) J.M. OBLACK, R.F. HEHEMANN *Ibid* (13) "27".
- (18) K. SHIMIZU, T. KO, Z. NISHIYAMA *Trans J.I.M.* 5 (1964) "225-230".
- (19) H.I. AARONSON *Trans AIME* 206 (1956) "1216".
- (20) M. COHEN *"Transformation and hordenability in steels"*. Symposium (1967) "131".
- (21) G.R. SPEICH *"The decomposition of austenite by diffusional processes"*. (1962) "353" *Inter Sciences N-Y.*
- (22) K. TSUYA *J. Mech. Lab. (Japan)* 2, (1965) "20".
- (23) R.I. ENTIN *"The decomposition of austenite by diffusional processes."* (1962). *Inter Sciences. N-Y* "295".
- (24) J.W. CHRISTIAN *Ibid* (12) "829".
- (25) K. HULTGREN *Trans ASM* 39 (1947) "915".
- (26) J.W. CHRISTIAN *"The theory of transformations and alloys"*. Pergamon Press (1965) "830" "899".
- (27) H.I. AARONSON *Trans AIME* 236 (1966) "753".
- (28) G.V. SMITH, R.F. MEHL *Trans AIME* 150 (1942) "211".
- (29) G. WASSERMANN *Arch für das Eisenhutt* 16 (1933) "647".
- (30) Z. NISHIYAMA *Sc. Rep. Tokoku University* 23 (1934) "638".
- (31) G. KURDYUMOV, G. SACHS *Z. Physik* 64 (1930) "325".
- (32) F.B. PICKERING *"Transformation and hordenability in steels"* Symposium (1967) "116".

- (33) F.B. PICKERING *Ibid* (32) "116".
- (34) R.I. ENTIN "The decomposition of austenite by diffusional processes" (1962) "304" *Inter Sciences N-Y.*
- (35) J. POMEY, J. DELIRY, M. WINTERBERGER, R. LAFONT, P. LESAGE, A. DIAMENT *Comptes Rendus* 251 (1960) "1507".
- (36) J. POMEY *Mém. Scient. Rev. Métall.* 63,6 (1966) "509-532".
- (37) E. VON SCHURMANN, J. VON HIRSCH *Giesserei* 1 (1966) "1-16".
- (38) G. DELBART, A. CONSTANT *Publications de l'IRSID. Courbes TTT* (1956).
- (39) J. DELIRY, M. WINTERBERGER, R. WYSS *Mem. Scien. Rev. Met.* 1 (1968) "7";
- (40) A. HULTGREN *Jerkontarets Ann.* 135 (1951) "403".
- (41) R. KUMAR *Physical Metallurgy of iron and steel.* Ed. Asia publishinghouse : London. (1968) "291".
- (42) K.R. KINSMAN, H.I. AARONSON *Metallurgical transactions I* (1970) "1485"
- (43) Réactif de KLEMM 50 ml d'une solution saturée aqueuse $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 1 gr $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_3$.
- (44) J.M. SCHISSLER, A. SIMON *Bulletin de la société chimique de France - Mars 1967* "769".
- (45) J.M. SCHISSLER, A. SIMON *Bulletin C.E.M. Tome X n° 11* (1968) "536".
- (46) R. FAIVRE, J.M. SCHISSLER, A. SIMON *E.D.F. Journées d'information électro-industrielle NANCY - Nov. 1967.*
- (47) B. JUNGSMANN *Mem. Scien. Rev. Met.* n° 2 (1968) "113".
- (48) B. LAURENT *Communication privée.*
- (49) K.W. ANDREWS, D.J. DYSON, S.R. KEOWN *Interpretation of Electron diffraction Patterns.* Ed : HILGER (London) (1967).
- (50) A. PIANELLI, P. WEINLAND *Mem. Scien. Rev. Met.* 64,3, (1967) "267-287".
- (51) J. POIRSON *Diplôme d'Etudes Supérieures NANCY* (1970).
- (52) Microsonde du Laboratoire de Génie métallurgique de l'ENSMIN de NANCY mise à notre disposition par le Professeur Alain VIGNES.
- (53) C.M. WAYMAN *Introduction to the crystallography of martensite transformations.* (1964) "110" Ed. Mac Millan Co. N-Y.

- (54) A. JOHARI, G. THOMAS *The stereographic projection and its applications. Ed. Intersciences (1969) "23" "49".*
- (55) J. DELIRY *Rev. Metallurgie 62 (1965) "527-550".*
- (56) J.M. SCHISSLER, G. METAUER *SFM de l'Est. 22 Mars 1969.*
- (57) J.M. SCHISSLER, G. METAUER *C.R. Ac. Scien. 270 c (1970) 13, "1162".*
- (58) B. CLOSSET *Diplôme d'Etudes Approfondies. Chimie minérale et métallurgie (1970). NANCY.*
- (59) C.S. ROBERTS *Trans AIME 197 (1953) "203-205".*
- (60) L. ZWELL, N. RIDLEY, H. STUART *Trans AIME 245 (1969) "1834".*
- (61) C. ROBERTS, R. RUHL, M. COHEN *Trans AIME 245 (1969) "251".*
- (62) G.D. PAPADIMITRIOU *Diplôme d'Etudes Approfondies. Chimie minérale et métallurgie (1970) NANCY.*
- (63) G.D. PAPADIMITRIOU, J.M. SCHISSLER, J.M. GENIN *A paraître.*
- (64) HABAKEN, J.L. de BROUWER *De Ferri Metallographia (1966) Vol. 1, "180". Ed : Presses Académiques Européennes - Bruxelles (B).*
- (65) D. MARLES *JISI 158 (1958) "433-436".*
- (66) L. KAUFMAN, S.V. RADCLIFFE *"The decomposition of austenite by diffusional processes" (1962) Inter Sciences N-Y "330" "341-342".*
- (67) T. BAUMAN, R. FAIVRE *C.R. Ac. Sc. 254 (1962) "96".*
- (68) P. FAU, R. FAIVRE *C.R. Ac. Sc. 264 c, 24 (1967) "1916".*
- (69) A. SIMON *C.R. Ac. Sc. 269 c (1969) "1269".*
- (70) G. METAUER, J.M. SCHISSLER *C.R. Ac. Sc. 271 c (1970) "1123".*
- (71) B. MIGNOT *C.R. Ac. Sc. 270 c (1970) "1945".*
- (72) H.I. AARONSON *Ibid (8) "280".*
- (73) J. BURKE *The Kinetics of phase transformations in metals (1965) "46". Ed. Pergamon Press.*
- (74) L.J. HABRAKEN, M. ECONOMOPOULOS *Transformation and hordenability in steels. Symposium (1967) "70".*
- (75) C. WELLS, W. BATZ, R.F. MEHL *Trans AIME 7 (1959) "653".*
- (76) M. HILLERT *Acta Met. 7 (1959) "653".*

- (77) C. WAGNER *Trans AIME* 194 (1952) "91".
- (78) H.I. AARONSON, H.A. DOMIAN *Trans AIME* 236 (1966) "781".
- (79) J. FOCT, J.M. SCHISSLER *A paraître.*
- (80) R.H. ERICKSEN, R. TAGGART, D.H. POLONIS *Trans AIME* 245 (1969) "359".
- (81) J.M. OBLAK, R.F. HEHEMANN *Ibid* (13) "29".
- (82) J.M. SCHISSLER, G. METAUER *C.R. Ac. Sc.* 270 c 22 (1970) "1785".
- (83) W.G. BURGERS *The mechanism of phase transformations in crystalline solids. Institute of Metals. Monograph n° 33 (London) (1969) "190".*
- (84) J.W. CHRISTIAN *The mechanism of phase transformations in crystalline solids. Institute of Metals. Monograph n° 33 (London) (1969) "129".*
- (85) D.S. LIEBERMAN, M.S. WECHSLER, T.A. READ *Trans AIME* (1953) "1503-1515".
- (86) J.W. CHRISTIAN *The decomposition of austenite by diffusional processes. Ed. Intersciences. (1962) "371".*
- (87) D.S. LIEBERMAN *Acta Met.* 6 (1958) "680".
- (88) E.C. BAIN *Trans AIME* 70 (1924) "25".
- (89) B. BILBY, J.W. CHRISTIAN *Inst. Met. Monograph n° 18 (1955) "121".*
- (90) E.R. PETTY *Martensite. Ed. E.R. Petty (1970) "24". Longman (G.B.).*
- (91) J.M. SCHISSLER, G. METAUER *C.R. Ac. Sc.* 271 c (1970) 3 "186".
- (92) J.M. SCHISSLER, G. METAUER *Journées d'automne 1969.*
- (93) N.D.H. ROSS, A.G. CROCKER *Acta Met.* 18 (1970) "405".
- (94) C.M. WAYMAN *Physical properties of martensite and bainite. Special report 93. The Iron and Steel Institute (1965) "163".*
- (95) G. METAUER *Communication privée.*
- (96) H.M. OTTE *Trans AIME* 218 (1960) "343".
- (97) J.F. BREEDIS, C.M. WAYMAN *Trans AIME* 224 (1962) "1128".
- (98) M.S. WESCHSLER *Acta Met* 7 (1959) "793-801".

- (99) M.S. WESCHSLER, T.A. READ,
D.S. LIEBERMAN *Trans AIME* 218 (1960) "204".
- (100) A.G. CROCKER, B.A. BILBY *Acta Met.* 9 (1961) "992".
- (101) J.W. CHRISTIAN *J. Inst. Met.* 2 (1955) "386-398".
- (102) J.M. GENIN, P.A. FLINN *Trans AIME* 242 (1968) "1419".
- (103) A.I. SEVSKIY, G. KURDJUMOV *The physica of metals and metallogra-
phy* 25 n° 1 (1968) "157".
- (104) D.N. SHACKLETON, P.M. KELLY *Acta Met.* 15 (1967) "979".
- (105) A. SIMON *Journées d'automne* 1970.
- (106) J.S. BOWLES, J.K. MACKENZIE *Acta Met.* 2 (1954) "130-147" "224-234".
- (107) J.S. BOWLES, J.K. MACKENZIE *Acta Met.* 10 (1962) "625".
- (108) R.F. MEHL, Van VINKLE *Rev. Met.* 50 (1953) "465".
- (109) J.G. HUMPHREYS, W.S. OWEN *JISI* 198 (1961) "38".
- (110) P. SCHWAAB *Naturwiss* 51 (1954) "356".
- (111) K.H. JACK *JISI* 163 (1949) "384".
- (112) G. KONOVAL, L. ZWELL,
L.A. GORMAN, W.C. LESLIE *Nature* 184 (1959) "1862".
- (113) W.S. OWEN, B.G. STREET *JISI* 172 (1962) "15".
- (114) A Handbook of lattice spacings and structure of metals and alloys
Vol. 2 (1967) "1339-1340". Ed. Pergamon Press.
- (115) R.C. RUHL, M. COHEN *Acta Met.* 15 (1967) "159".
- (116) P. DUWEZ, R.M. WILLENS *Trans Am. Inst. Min. Engrs.*
227 (1963) 362.
- (117) B. LORENZO *Diplôme d'Etudes Approfondies Chimie
Minérale et Métallurgie. NANCY* (1971).
- (118) B. VIGNERON *C.R. Ac. Sc.* 270 c (1970) "1941-1944".
B. VIGNERON, R. FAIVRE *Congrès de Fonderie PONT-A-MOUSSON
(4 Mai 1971).*
- (119) W.S. OWEN *JISI* 167 (1951) "117".
- (120) E.C. BAIN, H.W. PAXTON *Les éléments d'addition dans l'acier
(1968) "59" "230" Ed. Dunod.*
- (121) H.I. AARONSON *The decomposition of austenite by
diffusional precesses. Ed. Inter-
sciences* (1962) "523".

TABLE DES MATIERES

AVANT PROPOS

<u>INTRODUCTION</u>	1
<u>CHAPITRE I</u> - <u>TECHNIQUES EXPERIMENTALES</u>	7
I - <u>Elaboration des alliages</u>	7
II - <u>Traitements thermiques</u>	8
1 - <u>Austénitisation et homogénéisation</u>	8
2 - <u>Trempe</u>	10
3 - <u>Bains de trempe</u>	11
III - <u>Examens au microscope métallographique</u>	12
1 - <u>Polissage des échantillons</u>	12
2 - <u>Réactifs d'attaque</u>	13
IV - <u>Examens au microscope électronique</u>	13
1 - <u>Mise au point d'une technique d'ultra-</u> <u>amincissement</u>	13

a) <u>Pré-amincissement mécanique</u>	14
b) <u>Amincissement électrolytique</u>	15
α - Choix de la cellule	15
β - Choix des électrolytes	16
c) <u>Facteurs ayant une influence sur les conditions du polissage</u>	17
α - Tension	17
β - Température	18
γ - Densité de courant	19
δ - Profondeur d'immersion	19
ϵ - Age des bains	19
d) <u>Prélèvement et observation de la lame mince</u>	20
e) <u>Résultats - Applications</u>	20
2 - <u>Application de la technique des répliques aux fontes grises</u>	22
V - <u>Détermination des phases en présence</u>	23
1 - <u>Diffraction des électrons</u>	23
2 - <u>Techniques radiocristallographiques</u>	23
VI - <u>Technique dilatométrique</u>	24
1 - <u>La dilatométrie isotherme</u>	24
2 - <u>La dilatométrie différentielle en température croissante</u>	24
VII - <u>Analyses à la microsonde de Castaing</u>	25

VIII - <u>Essais mécaniques</u>	26
IX - <u>Techniques graphiques</u>	26
CHAPITRE II - LES DEUX ETAPES DE LA TRANSFORMATION A 420°C DES	
<u>ALLIAGES Fe-C-Si CONTENANT ENVIRON 1,5% C ET 3,9% Si</u>	27
I - <u>Etude dilatométrique en température croissante</u>	27
II - <u>Etude micrographique</u>	31
1 - <u>Structure à la fin de la première étape</u>	31
2 - <u>Microstructure à la fin de la deuxième étape</u>	34
III - <u>Identification radiocristallographique des phases</u> <u>à la fin de chaque étape</u>	37
1 - <u>Structure à la fin de la première étape</u> .	37
2 - <u>Structure à la fin de la deuxième étape</u> .	42
CHAPITRE III - ETUDE EXPERIMENTALE DE LA PREMIERE ETAPE	43
I - <u>Etude de l'évolution de l'alliage A (γ initial</u> <u>à 1,17% C et 3,9% Si)</u>	43
1 - <u>Etude micrographique</u>	43
2 - <u>Etude de l'avancement de la transformation</u> <u>dans l'alliage A</u>	46
3 - <u>Mise en évidence par analyse radiocristal-</u> <u>lographique de l'enrichissement en carbone</u> <u>de l'austénite de l'alliage A</u>	48

4 - Evolution de la macrodureté de l'alliage A	51
5 - Influence de la température de maintien bainitique sur l'évolution de l'alliage A	53
6 - Facteurs entraînant l'évolution de la structure à la température ambiante	57
a) Durée de maintien	57
b) Degré de l'avancement de la réaction $\gamma \rightarrow (\alpha) + (\gamma)$	58
II - Influence de différents facteurs sur la première étape	60
1 - Taux de carbone initial	60
2 - Température d'austénitisation et d'homogénéisation	63
3 - Non-ségrégation du silicium	63
III - Etude par microscopie électronique et microdiffraction des électrons de la structure à la fin de la première étape	64
1 - Type d'alliage choisi	64
2 - Aspects de la structure bainitique	64
a) Ferrite	66
b) Austénite enrichie	67
c) Croissance aux joints de grains	67
d) Martensite spontanée	70
3 - Relations d'orientation entre la ferrite bainitique (α) et l'austénite enrichie (γ)	71
4 - Détermination du plan d'accolement	78

CHAPITRE IV	- ANALYSE CRISTALLOGRAPHIQUE DE LA PREMIERE ETAPE	
	<u>DE LA TRANSFORMATION BAINITIQUE</u>	83
I -	<u>Rappels sur la transformation martensitique</u> .	84
1 -	<u>Théorie classique</u>	84
2 -	<u>Analyse stéréographique de la transformation martensitique</u>	90
II -	<u>Analyse stéréographique de la transformation</u>	94
1 -	<u>Principe de la méthode utilisée</u>	96
2 -	<u>Application</u>	99
a)	<u>Eléments du cisaillement complémen- taire</u>	99
b)	<u>Distorsions principales</u>	101
c)	<u>Recherche par calcul de la valeur pré- cise de l'angle de cisaillement cri- tique : Relations de compatibilité des éléments de cisaillement</u>	103
d)	<u>Non dégénérescence de type "K"</u>	105
e)	<u>Non dégénérescence de type "g"</u>	105
f)	<u>Rapport c/a ; rapport volumique</u>	106
3 -	<u>Mesure du rapport $\frac{c}{a}$ à 420°C</u>	106
4 -	<u>Conclusions partielles</u>	110
III -	<u>Analyse matricielle de la transformation</u>	111
1 -	<u>Modalités d'application de la théorie de Bowles-Mackenzie</u>	112

<u>CONCLUSIONS</u>	181
<u>ANNEXE I</u>	185
<u>ANNEXE II</u>	187
<u>ANNEXE III</u>	191
<u>BIBLIOGRAPHIE</u>	193

Nom de l'étudiant : Jean-Marie SCHISLER

Nature de la Thèse : Doctorat ès Sciences Physiques.

Titre de la Thèse : Etude de la transformation bainitique,
à 420°C, d'alliages Fe-C-Si.

Vu, Approuvé et Permis d'imprimer

Nancy, le

Le Président du Conseil
Scientifique de l'Université
de NANCY I,

Le Président du Conseil
de l'Université de NANCY I,

G. ROCCI

J. R. HELLUY

